Для служебного пользования
Экз. №

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ПОКРЫТИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ НЕОРГАНИЧЕСКИЕ

ТИПОВЫЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ

ОСТ 107.460092.001-86

Книга вторая

Издание официальное

1986

к вх. 1652дсп
1.10.86г.

Для служебного пользования
Экз. №

УДК 621.357.6:621.794:621.794.61(083.74) Группа В06

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ПОКРЫТИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ НЕОРГАНИЧЕСКИЕ
Типовые технологические процессы
ОКСТУ 6504, 6604, 6704, 6804

ОСТ 107.460092.001-86
Взамен ОСТ 4Г 0.054.076, редакция 1-73

Директивным письмом организации от 09.04.86 № 017-107/К/2131 срок действия установлен с 01.04.87 до 01.04.92.

Настоящий стандарт устанавливает типовые технологические процессы нанесения металлических и неметаллических неорганических покрытий на металлические детали в соответствии с ГОСТ 9.305-84 и видами покрытий, предусмотренными ОСТ 4Г 0.014.000.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

5. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

Контроль качества и приемку покрытий производить в соответствии с ГОСТ 9.301-78 и ГОСТ 9.302-79.

6. МАТЕРИАЛЫ

Наименование	ГОСТ, ТУ
Алюминий марки АД00	ГОСТ 4784-74
Аммиак водный	ГОСТ 3760-79
Аммиак жидкий технический	ГОСТ 6221-82
Аммоний азотнокислый	ГОСТ 22867-77
Аммоний железо (III) щавелевокислый, 3-водный	ТУ 6-09-1032-76
Аммоний сернокислый	ГОСТ 3769-78
Аммоний сернокислый (сульфат аммония) очищенный	ГОСТ 10873-73
Аммоний сульфаминовокислый	ТУ 6-09-15-364-78
Аммоний тетрафторборат (аммоний борфтористый)	ТУ 6-09-1080-84
Аммоний углекислый	ГОСТ 3770-75
Аммоний уксуснокислый	ГОСТ 3117-78
Аммоний фосфорнокислый двузамещенный	ГОСТ 3772-74
Аммоний фтористый	ГОСТ 4518-75
Аммоний фтористый кислый	ГОСТ 9546-75
Аммоний хлористый	ГОСТ 3773-72
Аммоний хлористый технический	ГОСТ 2210-73
Аммоний щавелевокислый	ГОСТ 5712-78
Ангидрид малеиновый	ГОСТ 5854-78
Ангидрид хромовый технический	ГОСТ 2548-77
Аноды графитовые ОС4	ОСТ 48274-84
Аноды золотые Зл 999,9 Ан	ГОСТ 25475-82
Аноды кадмиевые Кд0, Кд1	ГОСТ 1468-71
Аноды медные М0, М1, М2	ГОСТ 767-70
Аноды никелевые НПА1, НПА2, НПАН	ГОСТ 2132-75
Аноды оловянные марок О1, О2	ТУ 48-13-14-77
Аноды оловянно-свинцовые	ТУ 48-13-20-77
Аноды серебряные Ср 999,9 Ан	ГОСТ 25474-82
Аноды цинковые Ц0, Ц1, Ц2	ГОСТ 1180-71
Ацетон	ГОСТ 2603-79
Ацетон технический	ГОСТ 2768-84
Ацетилацетон	ГОСТ 10259-78
Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534-82
Барий азотнокислый технический, марки Б	ГОСТ 1713-79
Барий азотнокислый	ГОСТ 3777-76
Блескообразователь ДХТИ-203	ТУ 6-09-4652-84
Блескообразователь Ликонда	ТУ 6-09-4286-84
Блескообразователь Лимеда ННБ-1	РСТ ЛитССР 967-82
Блескообразователь Лимеда НЦ	ТУ 6-09-44-28-79
Блескообразователь Лимеда-2	ТУ 6-09-4615-78
Блескообразующая добавка БЦ-1	РСТ ЛитССР 788-81
Блескообразующая добавка БЦУ	РСТ ЛитССР 788-81
Блескообразующая добавка БЦ-2	РСТ ЛитССР 870-83
Блескообразователь Лимеда ОЦ-1, ОЦ-2	ТУ 88 ЛитССР 14-82

Наименование	ГОСТ, ТУ
Бумага противокоррозионная	ГОСТ 16295-82
Бумага оберточная марок Б, Г, Е, Ж	ГОСТ 8273-75
Бумага индикаторная "Рифан"	ТУ 6-09-3410-83
Бумага индикаторная "Конго"	ТУ 6-09-3104-79
Бумага индикаторная лакмусовая синяя	ТУ 6-09-3404-78
Бумага конденсаторная	ГОСТ 1908-82
Бумага фильтровальная лабораторная	ГОСТ 12026-76
Бумага папиросная	ГОСТ 3479-85
Бутанол-1	ГОСТ 6006-78
Бутилацетат технический	ГОСТ 8981-78
Вата медицинская гигроскопическая	ГОСТ 5556-81
Вещество вспомогательное ОП-7 и ОП-10	ГОСТ 8433-81
Вещество жидкое моющее "Прогресс"	ТУ 38-10719-77
Вещества текстильно-вспомогательные "Сульфирол-8"	ГОСТ 9882-77
Висмут (Ш) азотнокислый 5-водный	ГОСТ 4110-75
Висмут (Ш) сернокислый 3-водный	ТУ 6-09-4218-81
Висмута (Ш) хлорокись	ТУ 6-09-02-161-76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Водный раствор 1, 4-бутиндиола	ТУ 64-5-52-79
Водорода перекись техническая	ГОСТ 177-77
Воск пчелиный	ГОСТ 21179-75
Гидразин боран технический	ТУ 6-02-1-261-75
Гидразин солянокислый	ГОСТ 22159-76
Гидроксиламин сернокислый	ГОСТ 7298-79
Гидрохинон (парадиоксибензол)	ГОСТ 19627-74
Глицерин	ГОСТ 6259-75
Глицерин дистиллированный	ГОСТ 6824-76
Декстрин	ГОСТ 6034-74
Диспергатор НФ технический, марка Б	ГОСТ 6848-79
Добавка блескообразующая двукратная марок НБЦ-О и НБЦ-К	ТУ 6-09-4799-83
Добавка блескообразующая ЛТИ	ТУ 6-02-2-829-85
Добавка ДС-натрий	АУЭО.028.007 ТУ
Добавка ДХТИ-11	ТУ 6-09-09-149-79
Додецилсульфокислоты натриевая соль (лаурилсульфат натрия)	ТУ 6-09-64-75
Диэтиламин гидрохлорид	ГОСТ 13279-77
Дробь чугунная и стальная техническая	ГОСТ 11964-81
Желатин полиграфический и технический	ГОСТ 4821-77
Железо (П) сернокислое 7-водное	ГОСТ 4148-78
Железо хлорное	ГОСТ 4147-74
Известь кусковая палировальная	ТУ РСФСР 95-79
Ингибитор И-1-Е	ТУ 38-103525-82
Кадмий сернокислый	ГОСТ 4456-75
Кадмия окись	ГОСТ 11120-75
Калий-антимонил виннокислый 05-водный (калий сурьмяновиннокислый)	ТУ 6-09-803-76
Калий азотнокислый	ГОСТ 4217-77
Калия бихромат технический	ГОСТ 2652-78
Калия гидрат окиси технический твердый	ГОСТ 9285-78

Наименование	ГОСТ, ТУ
Калий двухромовокислый	ГОСТ 4220-75
Калий железистосинеродистый технический	ГОСТ 6816-79
Калий желеаястосинеродистый	ГОСТ 4207-75
Калий йодистый	ГОСТ 4232-74
Калий кремнефтористый (калий гексафторсиликат)	ТУ 6-09-1650-77
Калий лимоннокислый трехзамещенный 1-водный	ГОСТ 5538-78
Калий марганцовокислый	ГОСТ 20490-75
Калий надсернокислый	ГОСТ 4146-74
Калий-натрий виннокислый 4-водный	ГОСТ 5845-79
Калий пирофосфорнокислый безводный технический	ТУ 6-25-50-81
Калий роданистый	ГОСТ 4139-75
Калий титанилщавелевокислый 2-водный	ТУ 6-09-1785-77
Калий титановокислый мета 4-водный	ТУ 6-09-01-380-76
Калий углекислый	ГОСТ 4221-76
Калий фтористый 2-водный	ГОСТ 20848-75
Калий хлористый	ГОСТ 4234-77
Калий хромовокислый	ГОСТ 4459-75
Калий цианистый технический	ГОСТ 8465-79
Калия дицнано-(1)-аргентат	ТУ 6-09-451-75
Калия лицнано-(1)-аурат	ГОСТ 20573-75
Кальция гидроокись	ГОСТ 9262-77
Канифоль сосновая марки В	ГОСТ 19113-84
Квасцы алюминиевокалиевые технические	ГОСТ 15028-77
Квасцы алюмокалиевые	ГОСТ 4329-77
Кислота азотная	ГОСТ 4461-77
Кислота азотная концентрированная	ГОСТ 701-78
Кислота азотная неконцентрированная	ОСТ 6-03-270-76
Кислота аминоуксусная	ГОСТ 5860-75
Кислота бензойная	ГОСТ 10521-78
Кислота борная	ГОСТ 9656-75
Кислота борная марок А, Б и В	ГОСТ 18704-78
Кислота борфтористоводородная	ТУ 6-09-2577-77
Кислота виннан	ГОСТ 5817-77
Кислота кремнефтористоводородная (45-процентная)	ТУ 6-09-277-79
Кислота лимонная	ГОСТ 3652-89
Кислота молочная (40-процентная)	ТУ 6-09-3372-75
Кислота нитробензойная техническая	ТУ 6-14-416-80
Кислота ортофосфорная	ГОСТ 6552-80
Кислота ортсфосфорная термическая	ГОСТ 10678-76
Кислота серная	ГОСТ 4204-77
Кислота серная аккумуляторная	ГОСТ 667-73
Кислота серная техническая	ГОСТ 2184-77
Кислота соляная	ГОСТ 3118-77
Кислота соляная синтетическая техническая марок А и Б	ГОСТ 857-78
Кислота сульфаминовая техническая	ТУ 6-09-381-80
Кислота сульфосалициловая 2-водная	ГОСТ 4478-78
Кислота уксусная	ГОСТ 61-75
Кислота уксусная синтетическая и регенерированная	ГОСТ 19814-74
Кислота фосфорная пиро	ГОСТ 5653-75
Кислота фтористоводородная	ГОСТ 10484-78

Наименование	ГОСТ, ТУ
Кислота олеиновая	ГОСТ 10475-75
Кислота фтористоводородная техническая	ГОСТ 2567-73
Кислота щавелевая	ГОСТ 22180-76
Кисти и щетки малярные	ГОСТ 10597-80
Кисти художественные	ОСТ 17-888-81
Клей БФ-4	ГОСТ 12172-74
Клей 88-Н	ТУ 38-1051061-82
Клей мездровый	ГОСТ 3252-80
Клей перхлорвиниловый ХВК-2А	ТУ 6-10-463-75
Клей резиновый	ГОСТ 2199-78
Композиция Ликонда 22	ТУ 6-18-25-84
Композиция Ликонда 25	ТУ 6-18-200-78
Композиция Ликонда 41	ТУ 6-09-4429-80
Композиция Ликонда 71	ТУ 6-09-4573-81
Композиция для фосфатирования цинка	ТУ 88 ЛитССР 3-83
Ликонда Ф1	
Концентраты литейные сульфитно-спиртовой барды	ТУ 81-04-419-76
Концентрат фосфатирующий КФЭ-1	ОСТ 113-25-35-83
Краситель органический глубоко черный	ТУ 6-14-702-84
светопрочный для алюминия	
Краситель органический кислотный	ТУ 6-14-837-84
голубой антрахиноновый	
Краситель оранжевый 2Ж	ТУ 6-14-515-76
Краситель хромовый красный ализариновый	ГОСТ 10945-74
Крошка косточковая	ТУ РСФСР 580-74
Крошка мраморная электротехническая	ГОСТ 16426-81
Круги шлифовальные	ГОСТ 2424-83
Круги войлочные для обработки металлических изделий	ГОСТ 10684-75
Лак НЦ-62	ОСТ 6-10-391-74
Лак ЭП-730	ГОСТ 20824-81
Лак ХВ-5179	ТУ 6-10-1244-78
Лак АК-113 и АК-113Ф	ГОСТ 23832-79
Леска капроновая рыболовная	ОСТ 6-06-387-84
Лента поливинилхлоридная электроизоляционная	ГОСТ 16214-70
Лента полиэтиленовая с липким слоем	ГОСТ 20477-75
Лимеда УЗП-1	РСТ ЛитССР 966-82
Лимеда УПОС	ТУ ЛитССР 22-84
Магний сернокислый 7-водный	ГОСТ 4523-77
Масло веретенное АУ	ГОСТ 1642-75
Масло касторовое техническое	ГОСТ 6757-73
Масло консервационное К-17	ГОСТ 10877-76
Марля бытовая хлопчатобумажная	ГОСТ 11109-74
Материалы абразивные в зерне	ТУ 2-036-288-76
Материалы шлифовальные из электрокорунда	ОСТ МТ 71-5-78
Медь (II) сернокислая 5-водная	ГОСТ 4165-78
4,4′ - метилен-бис- (О-анизидин)	ТУ 6-09-3786-83
(4,4′ - диамино - 3,3-диметоксидифенилметан) чистый	
Медь цианистая техническая	ГОСТ 10018-79
Медь азотнокислая	ТУ 6-09-3757-74
Моноэтаноламин технический	ТУ 6-02-915-84
Мочевина	ГОСТ 6691-77

Наименование	ГОСТ, ТУ
Мыло туалетное	ОСТ 18-326-78
Мыло хозяйственное твердое	ОСТ 18-368-80
Натр едкий технический марок ТР, ТХ, ТД	ГОСТ 2263-79
Натрий азотистокислый	ГОСТ 4197-74
Натрий азотнокислый технический	ГОСТ 828-77
Натрий азотнокислый	ГОСТ 4168-79
Натрия боргидрид технический	ТУ 6-02-656-76
Натрий глюконовокислый	ТУ 6-09-3508-80
Натрий двухромовокислый	ГОСТ 4237-76
Натрий кремнекислый мета (метасиликат)	ГОСТ 4239-77
Натрий кремнефтористый технический	ГОСТ 87-77
Натрий фосфорнокислый ципо	ГОСТ 342-77
Натрий селенистокислый	ТУ 6-09-1315-76
Натрий сернистый технический	ГОСТ 596-78
Натрий сернистокислый безводный	ГОСТ 195-77
Натрий сернистокислый 7-водный	ГОСТ 429-76
Натрий сероватистокислый	СТ СЭВ 223-75
Натрий сернокислый кислый	ГОСТ 6053-77
Натрий сернокислый технический марки А	ГОСТ 6318-77
Натрий сернокислый 10-водный	ГОСТ 4171-76
Натрий углекислый кислый	ГОСТ 4201-79
Натрий углекислый 10-водный	ГОСТ 84-76
Натрий уксусиокислый 3-водный	ГОСТ 199-78
Натрий уксуснокислый технический	ГОСТ 2080-76
Натрий фосфориоватистокислый	ГОСТ 200-76
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный	ГОСТ 4172-76
Натрий фторнстый	ГОСТ 4463-76
Натрий фтористый технический	ГОСТ 2871-75
Натрий хлорнстый	ГОСТ 4233-77
Натрий цианистый технический	ГОСТ 8464-79
Натрий оловяннокислый мета 3-водный	ТУ 6-09-1506-76
Нафталин 1,5-дисульфокислоты динатриевая соль	ТУ 6-09-3049-73
Никель (П) борфтористый 6-водный	ТУ 6-09-17-106-78
Никель двухлористый 6-водный	ГОСТ 4038-79
Никель сернокислый	ГОСТ 4465-74
Никель сернокислый технический марки НС-1	ГОСТ 2665-73
Никель (П) сульфаминовокислый 4-водный	ТУ 6-09-2350-78
Никель (П) сульфаминовокислый-электролит (50-процентный водный раствор)	ТУ 6-09-4032-78
Нитроклей АК-20	ТУ 6-10-1293-78
Обезжириватель ДВ-301	ТУ 39-40835-79
Олово 01	ГОСТ 860-75
Олово (П) борфтористое (30-процеитный раствор)	ТУ 6-09-2683-78
Олово граяулированное	ТУ 6-09-2704-78
Олово двухлористое 2-водное	ГОСТ 36-78
Олово двухлористое 2-водное очищенное	ГОСТ 4780-78
Олово (П) сернокислое	ТУ 6-09-1502-75
Палладий (П) хлорид (палладий двухлористый)	ТУ 6-09-2025-84
Паста ПХВ (типа ГОИ)	ТУ 6-18-176-80
Парафнны нафтяные твердые марки Т, С	ГОСТ 23683-79

Наименование	ГОСТ, ТУ
Пептон сухой ферментативный для бактериологических целей	ГОСТ 13805-76
Перчатки технические резиновые	ГОСТ 20010-74
Перчатки и варежки из трикотажного полотна	ГОСТ 1108-84
Песок кварцевый	ГОСТ 4417-75
Пластикат поливинилхлоридный подкладочный	ОСТ 6-19-503-79
Пленка полиэтиленовая марок М, Т и Н	ГОСТ 10354-82
Пленка полиэтилентерефталатная лакированная	ТУ 6-19-201-82
Подпергамент	ГОСТ 1760-81
Полихлорвиниловый пластикат марки пластизоль Д-2А	ТУ 6-01-900-76
Полиэтиленполиамины технические	ТУ 6-02-594-80
Полиэтиленгликоль-115	ТУ 6-14-826-78
Полотно иглопробивное	ТУ 17-14-109-80
Полотно нитепрошивное	ТУ 17-14-201-83
Полотно тароупаковочное	ТУ 17-14-139-81
Полотно холстопрошивное "Маляр"	ТУ 17-14-105-80
Полотно холстопрошивное двухгребеночное "Уют"	ТУ 17-14-153-81
Препарат "Мажаф"	ОСТ 6-25-14-79
Препарат ОС-20	ГОСТ 10730-82
Препарат "Хромин"	ОСТ 6-02-28-82
Проволока сварочная из титановых сплавов	ОСТ 1 90015-77
Проволока латунная марки Л80	ГОСТ 1066-80
Проволока медная круглая электротехническая марок ММ и МТ	ГОСТ 2112-79
Прутки катаные из титановых сплавов	ОСТ 1 90173-75
Прутки латунные	ГОСТ 2060-73
Прутки титановые крупногабаритные	ОСТ 1 90266-78
Растворитель 645	ГОСТ 18188-72
Растворитель Р-4, Р-5	ГОСТ 7827-74
Родий трехлористый 4-водный	ТУ 6-09-2024-78
Рутений (1У) гидроксилхлорид	ТУ 6-09-1599-77
Сахарин	ТУ 64-6-126-80
Свинец	ГОСТ 3778-77
Свинец борфтористый 50-процентный раствор	ТУ 6-09-01-215-74
Селен технический	ГОСТ 10298-79
Серебро азотнокислое	ГОСТ 1277-75
Серебро йодистое	ТУ 6-09-474-79
Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками нормальной точности	ГОСТ 6613-73
Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками	ГОСТ 3826-82
Синтанол ДТ-7	ТУ 6-14-1037-79
Синтанол ДС-10	ТУ 6-14-577-77
Синтанол АЛМ-10	ТУ 6-14-19-472-83
Смачиватель СВ-104 "П"	ТУ 6-14-43-75
Смачиватель СВ-133	ТУ 6-14-994-80
Смесь БФЦ для приготовления электролита	ТУ 6-18-178-83
Сода кальцинированная техническая марки Б	ГОСТ 5100-85
Соль динатриевая этилендиамин - N' N' N' N' - тетра-уксусной кислоты 2-водная (трилон Б)	ГОСТ 10652-73

Наименование	ГОСТ, ТУ
Соль закиси железа и аммония двойнан сернокислая (соль Мора)	ГОСТ 4208-72
Соль "Ликонда 2А-Т"	ТУ 6-18-22-83
Соль Ликонда 1Б	ТУ 6-09-3662-74
Соль "Ликонда 21"	ТУ 6-18-30-84
Состав ХП-1 белый	ТУ 6-10-1742-80
Состав ХП-2 зеленый	ТУ 6-10-2008-85
Спирт этиловый технический марки А	ГОСТ 17299-78
Средства синтетические моющие "Лабомид-101, 102, 203, 204"	ТУ 38.10738-80
Средство моющее техническое Вертолин-74	ТУ 38.10960-81
Средство моющее техническое ТМС-31	ТУ 38.107113-78
Средство моющее техническое "Оса" (обезжириватель сплавов алюминия)	ТУ 6-18-16-82
Средство моющее "Сульфанол НП-3"	ТУ 84-509-81
Кислота стеариновая	ГОСТ 9419-78
Стекло натриевое жидкое	ГОСТ 13078-81
Стронций сернокислый	ТУ 6-09-4164-76
Сульфит натрия безводный	ГОСТ 5644-75
Сульфарсазен	ТУ 6-09-4681-83
Сурьма трехлористая	ТУ 6-09-636-76
Сурьмы (Ш) окись	ТУ 6-09-3267-84
Танин	В ТУ МХП 3722-73
Текстильно вспомогательное вещество Этамон ДС	ТУ 6-14-912-78
Тиомочевина техническая	ТУ 6-09-4041-75
Тиомочевина	ГОСТ 6344-73
Ткани фильтровальные из стеклянных крученых комплексных нитей	ГОСТ 10146-74
Ткани фильтровальные хлориновые	ГОСТ 20714-75
Ткани хлопчатобумажные бязевой группы	ГОСТ 11680-76
Ткань полипропиленовая фильтровальная	ТУ 17-04-14-81
Трансдихлорднамин палладия	ТУ 6-09-05-150-80
Тринатрийфосфат технический 12-водный	ГОСТ 201-76
Уголь древесный	ГОСТ 7657-84
Уротропин технический	ГОСТ 1381-73
Фланель хлопчатобумажная	ГОСТ 7259-77
Формалин технический	ГОСТ 1625-75
Фторопласт - 2М	ТУ 6-05-1781-84
Хрома окись техническая	ГОСТ 2912-79
Хром (Ш) окись	ТУ 6-09-4272-84
Хлорамин Б	ТУ 6-09-3021-81
Церезин	ГОСТ 2488-79
Цинк азотнокислый 6-водный	ГОСТ 5106-77
Цинк борфтористый 6-водный	ТУ 6-09-2551-77
Цинк сернокислый 7-водный	ГОСТ 4174-77
Цинк хлористый	ГОСТ 4529-78
Цинк хлористый технический марки А	ГОСТ 7345-78
Цинк фосфорнокислый одиозамещенный	ГОСТ 16992-78
Цинк цианистый технический	ТУ 113-03-383-83

Наименование	ГОСТ, ТУ
Цинка окись	ГОСТ 10262-78
Шкурка шлифовальная бумажная	ГОСТ 10054-82
Щетки бытовые	ОСТ 17-180-84
Эльдин	ТУ 6-09-4647-78
Эмаль ХВ-785	ГОСТ 7313-75
Эмаль ХВ-1100	ГОСТ 6993-79
Эмульсия КЭ-10-01- (70-процентный раствор)	ТУ 6-02-587-75
Этилендиамин (70-процентный раствор)	ТУ 6-09-147-75
Железо 111 окись	ТУ 6-09-4783-83
Калий сернистый	ТУ 6-09-839-71

7. МЕТОДИКА РАСЧЕТА УДЕЛЬНЫХ НОРМ РАСХОДА МАТЕРИАЛОВ

1. Удельная норма расхода материалов складывается из технологического расхода, отходов и потерь.

2. Расчет удельных норм расхода растворимых анодов включает расход металла на покрытие (покрытие деталей и неизолированных мест подвесок), технологические потери (шламообразование), зависящие от химического состава и способа изготовления анодов (прокат, литье), а также от состава и режимов работы электролита; технологические отходы – не используемые остатки анодов и стружка, образующаяся при сверлении отверстий для монтажа анодов.

2.1. Удельная норма расхода растворимых анодов рассчитывается по формуле

$$H_{ан} = S\delta\gamma \cdot \left(1 + \frac{b}{100} + \frac{d}{100}\right), г/м^2,$$

где S – площадь поверхности покрытия, равная 1 $м^2$;
δ – толщина покрытия, равная 1 мкм;
γ – плотность металла покрытия, $г/см^3$;
b – коэффициент потерь на шламообразование, в % от расхода на покрытие (принимается равным 3);
d – коэффициент отходов, в % от расхода на покрытие (принимается равным 3),

т.е. $H \quad \gamma + 0{,}06\,\gamma = 1{,}06.$

2.2. При применении анодов из сплавов, плотность сплава рассчитывается по формуле

$$\gamma_{спл.} = \frac{\gamma_1 \gamma_2}{\gamma_1 m_2 + \gamma_2 m_1}, \quad г/см^3,$$

где m_1, m_2 - массовые доли металлов в сплаве, %;
γ_1, γ_2 – плотности металлов, входящих в сплав, $г/см^3$.

3. Расчет удельных норм расхода материалов покрытия и анода при применении нерастворимых анодов включает:

расход металла на покрытие;

технологические потери по пп. 4.1–4.3.

3.1. Удельная норма расхода металла покрытия рассчитывается по формуле

$$H = S\delta\gamma + CH_п S,$$

где S – площадь поверхности покрытия, равная 1 $м^2$;
δ – толщина покрытия, равная 1 мкм;

γ – плотность металла покрытия, г/см^3;

С – максимальная концентрация химиката в электролите (растворе) по принятой рецептуре (в пересчете на металл), г/л;

$Н_п$ – норматив технологических потерь, учитывающий потери по пп. 4.1–4.6, л/м^2.

3.2. Электролиз с нерастворимыми анодами протекает без растворения металла с выделением ионов, но неизбежны технологические отходы и потери, обусловленные:

изменением, которые они претерпевают при электрохимическом процессе вследствие выделения продуктов электролиза, шламообразования и образования стружки от сверления монтажных отверстий.

3.3. Норма расхода нерастворимых анодов рассчитывается по формуле

$$Н = Sd\,hK \cdot (1 + 0{,}06)\ г,$$

где **S** – площадь (поверхности покрытия) единовременной загрузки ванны, м^2;

d – плотность металла анода, г/м^3;

h – толщина анода, м;

К – соотношение анодной и катодной поверхности для данного вида электролита (1, 2, 3 и т.д.);

0,06– коэффициент технологических потерь и отходов, в % от расхода металла на покрытие.

4. Норматив расхода химикатов должен включать потери электролитов (растворов) на унос с деталями и подвесочными приспособлениями, на унос в вентиляцию, при корректировании и фильтрации, на смену электролитов (растворов).

4.1. Унос с деталями зависит от степени сложности деталей (конфигурации), вида применяемого оборудования и типа электролита (раствора).

По степени сложности детали делятся на 3 группы.

I – плоские детали и детали простой конфигурации, не имеющие отверстий, углублений, в которых может удерживаться электролит (раствор);

II – детали, имеющие сквозные отверстия, углубления, в которых может удерживаться электролит (раствор);

III – детали, имеющие глухие отверстия, углубления, взаимно-перпендикулярные плоскости, узкие каналы, зазоры, в которых может скапливаться и удерживаться значительное количество электролита (раствора), а также детали, на которые наносятся местные покрытия, при условии изоляции остальной части поверхности детали.

4.2. При нанесения покрытий в барабанах и колоколах погружного типа, норма умножается на коэффициент 1,5; в барабанах и колоколах наливного типа на коэффициент 2. При нанесении покрытий в автоматических линиях норма уноса умножается на коэффициент 0,8 при покрытии на подвесках и на коэффициент 1,3 при покрытии в барабанах.

Расход электролитов (растворов) на унос подвесочным приспособлением принимается 0,04–0,05 л/м^2.

4.3. Расход электролитов (растворов) на унос с деталями в зависимости от типа электролита (раствора) и степени сложности детали приведен в табл. 2.

Таблица 2

Типы электролитов (растворов)	Вынос электролита (раствора) в зависимости от степени сложности деталей, л/м^2		
	I	II	III
1. Щелочные	0,1	0,15	0,3
2. Кислые	0,05	0,1	0,2

4.4. При смене электролита (раствора) к нормативу расхода химикатов прибавляется расход на составление нового электролита (раствора), рассчитанный путем умножения максимально-рецептурной концентрации химикатов на объем электролита (раствора).

4.5. Расход электролитов (растворов) на унос в вентиляцию составляет 0,002–0,003 л/м^2 на 1 мкм покрытия (для холодных растворов) и 0,004–0,005 л/м^2 на 1 мкм покрытия (для горячих растворов), кроме электролитов хромирования.

4.6. При корректировании и фильтрации электролитов (растворов) потери составляют 2 % от рабочего объема электролита (раствора) для всех процессов, кроме никелирования, для которого потери составляют 3 % от рабочего объема электролита (раствора).

4.7. Нормативы расхода химикатов, за исключением хромового ангидрида для процесса хромирования и цианистого натрия (калия) для различных процессов, рассчитываются по формуле

$$Н_х = С \cdot Н_п, \frac{г}{м^2},$$

где С – максимальная концентрация химиката в электролите (растворе) по принятой рецептуре, г/л;

$Н_п$ – норматив технологических потерь, учитывающий потери по пп. 4.1–4.6. л/м^2.

4.8. Норматив расхода химикатов для процессов нанесения металлических покрытий химическим способом и процессов нанесения неметаллических неорганических покрытий устанавливается опытным путем с учетом химических реакций, норматива потерь за счет побочных реакций (15 % от содержания в растворе), уноса с деталями и подвесочными приспособлениями, уноса в вентиляцию и коэффициента сменности раствора.

4.9. Формулы для расчета нормативов расхода хромового ангидрида при хромировании приведены в табл. 3.

Таблица

Концентрация хромового ангидрида, г/дм^2	Группа сложности деталей	Расчетная формула	Примечание
150–250	I	26,5б + 44	Защитно-декоративное хромирование
	II	26,5б + 49	
	III	26,5б + 56	
	I	39б + 44	Молочное хромирование
	II	39б + 49	
	III	39б + 56	
250–300	I	29б + 52	Хромирование в саморегулирующем электролите
	II	29б + 58	
	III	29б + 67	
300–400	I	(от 41 до 47)б + от 79 до 92	Хромирование в барабанах
	II	(от 41 до 47)б + от 89 до 102	
	III	(от 41 до 47)б + от 102 до 118	
		б – толщина покрытия, мкм	

При хромировании с применением препарата "Хромин" необходимо вводить поправочный коэффициент 0,8.

Удельная норма расхода хромового ангидрида включает:

расход на осаждение хрома;

потери на унос с деталями и приспособлениями;

потери на унос в вентиляцию;

потери на корректировку и фильтрацию.

4.10. Норматив расхода цианистого натрия (калия) рассчитывается по формуле

$$H_c = \frac{100\,(H_1 + H_3)\,C + H_2\,C + H_4\,\delta}{C_1}, \text{ г/м}^2,$$

где c – концентрация цианистого натрия (калия), г/л;
C_1 – содержание цианистого натрия (калия) в исходном продукте, %;
H_1 – потери на унос с деталями и подвесками, л/м^2;
H_2 – потери на унос в вентиляцию, л/м^2;
H_3 – потери при корректировке и фильтрации, л/м^2;
H_4 – норматив потерь цианистого натрия (калия) за счет разложения при нанесении покрытия толщиной 1 мкм на 1 м^2 поверхности (10 % от концентрации),

$$\frac{\text{г}}{\text{мкм} \cdot \text{м}^2};$$

δ – толщина покрытия, мкм.

4.11. Нормативы расхода химикатов предусматривают процентное содержание или концентрации, указанные в соответствующих стандартах или технических условиях на эти материалы (без пересчета на 100 % содержание).

При применении материалов, концентрация которых не соответствует стандартам или техническим условиям, перасчет производить по формуле

$$H = \frac{H_y \cdot C_1}{C_2}, \text{ г/м}^2,$$

где H_y – установленный норматив расхода;
C_1 – концентрация (процентное содержание) химиката по стандарту;
C_2 – концентрация (процентное содержание) применяемого химиката.

4.12. Расход материалов, применяемых для шлифования, полирования, фильтрации, протирки деталей, для составления растворов, используемых для удаления дефектных покрытий, для анодных чехлов, для монтажа, упаковки, для проведения анализа электролитов (растворов), для изоляции мест, не подлежащих нанесению покрытия, устанавливается опытным путем соответствующей службой предприятия в зависимости от специфики производства и утверждается в установленном порядке.

4.13. При расчете расхода материалов следует учитывать также расход на переделку и удаление дефектных покрытий, нанесенные недоброкачественные покрытия и т.д., который составляет 15 % от расхода на покрытие, кроме покрытия драгоценными и широко применяемыми (цинк, кадмий) материалами, для которых расход на переделку дефектных покрытий составляет не более 5 % от расхода на покрытие и выход годных деталей с покрытиями, который составляет 98 % для всех видов покрытий, кроме покрытий на деталях из алюминия, титана, магния и их сплавов, деталей, имеющих сварные и паяные соединения, и деталей, имеющих точные размеры после покрытия, для которых выход годных 95 %.

ПЕРЕЧЕНЬ СРЕДСТВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОСНАЩЕНИЯ, СРЕДСТВ КОНТРОЛЯ И ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СРЕДСТВ ЗАЩИТЫ

Наименование	ГОСТ или ТУ	Техническая характеристика
Оборудование		
Линии автоматические операторные типа АГ-42	ГГМО.124.002 ТУ	Грузоподъемность 150 кг. Производительность на подвесках до 25 $м^2$/ч, в барабанах до 40 $м^2$/ч. Наибольший ритм работы линии 5 мин
Ванны нормализованные модели ОН1-66	ТУ2-055-16-75	
Ванна колокольная ВК-40	ТУ2-055-14-78	Объем колокола 40 л. Объем ванны 370 л. Габаритные размеры 1865x912x1200 мм Рабочий объем ванны 42, 82, 128, 168 л
Ванны ультразвуковые УЗВ-16М, УЗВ-17М, УЗВ-18М	ТУ26-01-352-75	
Установка для фильтрации электролитов ДдГ 2-0,3р	ТУ26-01-249-75	Поверхность фильтрования 2 $м^2$. Рабочая температура до 60 °С Габаритные размеры 1080x850x910 мм
Станок шлифовально-полировальный двусторонний 3Б653	ТУ2-024-5220-79	Диаметр устанавливаемого полировального круга 315 мм. Наибольшая ширина абразивной ленты 70 мм. Длина абразивной ленты 2500 мм. Габаритные размеры 1630x735x1220 мм. Масса 600 кг
Станок полировально-шлифовальный двусторонний 3Б655	ТУ2-024-5219-79	Диаметр устанавливаемого полировального круга 500 мм. Наибольшая ширина абразивной ленты 140 мм. Наименьшая ширина абразивной ленты 70 мм. Длина абразивной ленты 4000 мм. Габаритные размеры 2050x1260x2480 мм. Масса 850 кг
Агрегаты выпрямительные серий ТЕ, ТЕР, ТВ, ТВР, ТВИ, мощностью до 50 кВт	ТУ16-729. 313-81	Ток 100-3150 А. Напряжение 6-115 В
Установка сушильная УС-3	ТУ АУБ 390.000.000	Максимальная рабочая температура 350 °С
Электрошкаф СНОЛ 3,5. 3,5. 3,5/3-И3	ТУ16-531.839-78	Номинальная температура 350 °С. Габаритные размеры 680x810x870 мм
Электропечь	ТУ16-531.704.81	Номинальная рабочая температура 1000 °С.

Электрошкаф СНОЛ 3,5. 3,5. 3,6/3-И3	ТУ16-531.839-78	Номинальная температура 350 °С. Габаритные размеры 680х810х870 мм
Электропечь СНОЛ-1,6. 2,5./1/11-И2	ТУ16-531.704.81	Номинальная рабочая температура 1000 °С. Габаритные размеры 490х630х700 мм. Масса 78 кг
Столы монтажные СМ-2, СМ-3, СМ-4	,ТУ11-81 А2МО.238.001 ТУ	
Технологическая оснастка		
Котел стальной эмалированный КО/63, КО/160, КО/250	ТУ18-16-151-79	Рабочий объем 63, 160, 250 л
Посуда лабораторная фарфоровая	ГОСТ 9147-80	Класс точности 2
Посуда лабораторная стеклянная	ГОСТ 25336-82	Класс точности 2
Пинцет пластинчатый медицинский	ТУ61-1-37-78	
Измерительные приборы		
Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24104-80	Пределы измерения 0-200 г, погрешность при взвешивании ±1 мг
Миллиомметр Е6-18/1	ТУ4.ЯЫ2.722.015-83	
Мегомметр Ф 4102/1,Ф Ф 4102/2	ТУ 25-0413-0071-83	
Весы настольные циферблатные типа РН-3Ц 13У	ТУ 25-06.2052-82	Пределы измерения 0,04-3 кг, погрешность измерения ±5 г
Микроскоп стереоскопический МБС-9	ТУ3-3-1210-78	
Микрометры МОВ-1-10[x]	ГОСТ 7865-77	
Секундомер СОПпр-2а-3-221	ГОСТ 5072-79	
Термометры стеклянные технические прямого исполнения	ГОСТ 2823-73	Пределы измерения от 0 °С до 400 °С. Максимальная погрешность ±5 °С

Продолжение

Наименование	ГОСТ или ТУ	Техническая характеристика
Термометры стеклянные ртутные электроконтактные	ГОСТ 9871-75	Пределы измерения от 0 °С до 300 °С. Максимальная погрешность ±10 %
Копориметр фотоэлектрический лабораторный	ГОСТ 12083-78	
Реле времени ВЛ-45	ТУ16-523.585-80	
Часы сигнальные 4С-4	ТУ46-12-957-81	
Индивидуальные средства защиты		
Напальчники резиновые	ГОСТ 14681-80	
Очки защитные	ГОСТ 12.4.003-80	
Перчатки камерные	ГОСТ 12.4.133-83	
Респиратор РУ-60 м	ГОСТ 17269-71	
Респиратор ШБ-1 "Лепесток"	ГОСТ 12.4.028-76	
Фартуки типа Б	ГОСТ 12.4.029-76	
Халат женский типа А	ГОСТ 12.4.131-83	
Халат мужской типа А	ГОСТ 12.4.132-83	
Сапоги резиновые формовые	ГОСТ 5375-79	
Огнетушитель ОУ-5	ГОСТ 7276-77	

Примечания:

1. Допускается применение другого прогрессивного оборудования, которое отвечает требованиям ГОСТ 12.3.008-75, ГОСТ 12.2.003-74, ОСТ 4Г 0.091.309-81, имеющего согласование ТУ с ЦК профсоюза.
2. Допускается применение других измерительных приборов, имеющих аналогичные технические характеристики.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫХ ОПЕРАЦИЙ

1. РАСТВОРЫ ДЛЯ ОБЕЗЖИРИВАНИЯ

1.1. Растворы готовить последовательным растворением всех компонентов в теплой воде в расчетных количествах. Растворение твердого едкого натра (или жидкого 42-50 - процентной концентрации) производить в последнюю очередь небольшими порциями, не допуская сильного разогрева и разбрызгивания раствора. В приготовленный раствор добавить поверхностно-активное вещество. Растворы корректировать по данным химического анализа на содержание едкого натра, кальцинированной соды и тринатрийфосфата не реже одного раза в месяц. Поверхностно-активное вещество добавлять в раствор периодически при отсутствии пены поверхности раствора. Раствор с обезжиривателем ДВ-301 обладает высокой маслоемкостью (не теряет моющих свойств при накоплении масла до 80 г/л). Срок службы раствора до замены определяется условиями производства /количеством обрабатываемых поверхностей и их загрязнанностью/ и составляет в среднем 4-6 недель. Корректирование раствора в процессе работы не требуется.

2. РАСТВОРЫ ДЛЯ ТРАВЛЕНИЯ

2.1. Растворы для травления стальных деталей готовить, исходя из плотности серной или соляной кислоты в количествах, соответствующих средним рецептурным значениям. В приготовленный раствор кислоты добавить при перемешивании расчетное количество уротропина или другого ингибитора. Растворы для травления корректировать добавлением смеси кислоты с ингибитором. Раствор подлежит замене при резком ухудшении качества травлении.

2.2. Раствор травления состава III корректировать добавлением соляной кислоты и хлористого цинка по результатам химического анализа. При накоплении солей железа свыше 30 % раствор заменить свежим.

2.3. Раствор для травления деталей из меди и ее сплавов готовить осторожным приливанием серной кислоты в смесь азотной и соляной кислот. При накоплении в растворе более 20 г/л меди травильный раствор заменить новым.

2.4. Раствор для травлении деталей и сборочных единиц из меди и ее сплавов, паянных мягкими припоями и припоем МЦФЖ, готовить введением в раствор, содержащий 260 г/л уксусной кислоты, при перемешивании 840 г/л фосфорной кислоты. Перекись водорода в количестве 100 г/л приливать в раствор непосредственно перед загрузкой деталей.

2.5. Раствор для травления алюминия и его сплавов готовить растворением в воде небольшими порциями расчетного количества щелочи, не допуская сильного разогрева и разбрызгивания. Раствор подлежит замене при ухудшении качества травления. Раствор для травления литейных, алюминиевых сплавов готовить растворением в теплой воде гидрета окиси кальция в количестве 4-5 г/л.

Получаем насыщенный раствор с избытком гидроокиси кальция. Избыток гидроокиси кальция не отфильтровывать. Величина pH раствора от 11,5 до 13,5. После обработки 15 $дм^2$ поверхности в одном литре раствора последний подлежит замене. Раствор для осветления литейных алюминиевых сплавов готовить осторожным приливанием фтористоводородной кислоты к азотной. Замену раствора новым производить по мере загрязнения, в зависимости от интенсивности работы ванны.

3. РАСТВОР ДЛЯ АКТИВАЦИИ ПРУЖИН И ПРУЖИНЯЩИХ ДЕТАЛЕЙ

3.1. В раствор, содержащий 100 г/л соляной кислоты, ввести при непрерывном перемешивании 50 г/л уротропина. Полученный раствор выдержать при комнатной температуре в течение суток, после чего он готов к работе. В процессе выдержки раствора происходит взаимодействие соляной кислоты с уротропином.

3.2. Раствор корректировать путем введения в ванну соляной кислоты /по результатам химического анализа/ и соответствующего количества уротропина. После этого раствор необходимо выдержать в течение суток. Количество уротропина в ванне не контролируется. Анализ растворов производить в соответствии со справочным приложением 35.

4. РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ ТИТАНА И ЕГО СПЛАВОВ

4.1. Раствор для гидридной обработки готовить, исходя из плотности серной кислоты, в количестве, соответствующем расчетному значению. В приготовленный раствор небольшими порциями добавлять хлористый натрий, предварительно растворив его в воде. Для приготовления растворов для гидридной обработки использовать химически чистые кислоты. Растворы используют до тех пор, пока они не станут фиолетового цвета, после чего их следует заменить свежими. Плотность загрузки 4-6 $дм^2$/л. Толщина снимаемого металла при травлении в соляной кислоте (плотность 1,19 г/$см^3$) при температуре 20-30 °С в течение 2-3 ч составляет 12 мкм.

4.2. Растворы для травления и осветления готовить, исходя из плотности азотной и фтористоводородной кислот, в количествах, соответствующих средним рецептурным значениям. Растворы подлежат замене по мере загрязнения, при резком ухудшении качества травления и осветления.

4.3. Раствор для активирования готовить последовательным растворением в воде хлористого никеля, соляной кислоты, фтористого аммония в количествах, соответствующих среднерецептурным значениям.

5. РАСТВОР ДЛЯ ЦИНКОВОЙ ОБРАБОТКИ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

5.1. Для приготовления цинкатного раствора расчетное количество щелочи растворить в половинном количестве воды. В полученный раствор добавить при перемешивании расчетное количество окиси цинка. Растворить в отдельной емкости виннокислый калий-натрий, хлорное железо и азотнокислый натрий. Полученные растворы ввести в ванну, тщательно перемешать и довести водой до заданного объема.

5.2. Раствор корректировать по данным химического анализа на содержание окиси цинка, щелочи один раз в неделю.

5.3. Корректирование виннокислого калия-натрия, хлорного железа и азотнокислого натрия производить в половинном количестве от рецептурного при полной загрузке ванны один раз в неделю.

Анализ производить в соответствии со справочным приложением 38.

6. ИММЕРСИОННЫЙ РАСТВОР ДЛЯ ОБРАБОТКИ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

6.1. Для приготовления одного литра иммерсионного раствора в 500 г 40 - процентной плавиковой кислоты растворить 180 г борной кислоты. Борную кислоту добавлять частями и раствор во избежание перегрева и выпаривания плавиковой кислоты охлаждать. В борфтористоводородной кислоте растворить 13,6 г окиси цинка, затем во избежание сильного вспенивания по частям растворить 102 г углекислого никеля. Если последний полностью не раство-

рится, то добавлять борфтористоводородную кислоту до полного его растворения и затем ввести 19 г углекислого аммония.

6.2. Корректирование величины pH осуществляется борфтористоводородной кислотой при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

6.3. Раствор корректировать по данным химического анализа на содержание входящих в раствор компонентов один раз в неделю.

Анализ производить в соответствии со справочным приложением 62.

7. РАСТВОР ДЛЯ КОНТАКТНОГО ОСАЖДЕНИЯ НИКЕЛЯ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

7.1. Отдельно растворить в горячей воде хлористый никель и борную кислоту. Растворы отфильтровать в рабочую ванну, добавить фтористоводородную кислоту и довести водой до заданного объема.

Раствор корректировать по данным химического анализа на содержание входящих в раствор компонентов один раз в неделю.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИНКОВАНИЯ

1. ЦИАНИСТЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ

1.1. Растворить отдельно в минимальном количестве воды расчетное количество цианистого и едкого натра. Цианистые соли применять как плавленные, так и порошкообразные. Развести в небольшом количестве воды окись цинка до пастообразного состояния и постепенно при перемешивании добавлять ее в раствор цианистого натрия. После растворения основной массы окиси цинка добавить раствор едкого натра, все тщательно перемешать.

1.2. Полученный раствор после отстаивания декантировать в рабочую ванну, ввести в него концентрат метатитаната калия (в состав V), водный раствор сернистого натрия и глицерина и довести водой до заданного объема. Для приготовления титановой добавки в 10-процентный раствор едкого калия при температуре 60-70 °С ввести расчетное количество метатитаната калия (30-31 г на 100 мл раствора едкого кали). Полученную смесь выдержать на водяной бане при периодическом перемешивании в течение 1,5-2,0 ч. Затем охладить раствор и декантировать в полиэтиленовую емкость (стекло недопустимо). Произвести анализ полученного концентрата . Содержание титана в концентрате должно быть 3-5 г/л. Срок хранении концентрата до двух месяцев в полиэтиленовой посуде.

1.3. С целью стабилизации титанового концентрата ввести молочную или салициловую кислоту в количестве 0,5 г/л и сернокислый аммоний в количестве 0,5 г/л.

1.4. Электролит корректировать не реже двух раз в месяц по данным химического анализа на содержание окиси цинка, цианистого натрия и едкого натра.

1.5. Количество углекислого натрия не должно превышать 100 г/л. Вредными примесями являются медь (до 1 г/л) и олово (до 0,05 г/л). Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 36.

2. ЦИНКАТНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

2.1. Ванну залить на одну четверть объема водой и растворить при перемешивании едкий натр. Нагреть раствор до температуры 70-80 °С и добавлять в него небольшими порциями окись цинка при перемешивании до полного ее растворения. К полученному раствору

добавить одну четвертую часть воды и охладить раствор до температуры 30 °С. Отдельно растворить в горячей воде полиэтиленполиамин и тиомочевину и ввести их в ванну. Довести ванну водой до заданного объема.

2.2. При использовании технического едкого натра раствор отфильтровать и проработать при плотности тока 2 А/дм^2 в течение 3-5 ч.

2.3. Электролит корректировать не реже одного раза в неделю по данным химического анализа на содержание окиси цинка, едкого натра, тиомочевины и полиэтиленполиамина.

Анализ производить в соответствии со справочным приложением 38.

3. АММИАКАТНЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ

3.1. Ванну залить на две трети объема теплой водой и при перемешивании последовательно растворять в ней хлористый аммоний и уротропин. В полученном растворе при перемешивании растворять небольшими порциями окись цинка, при этом температуру раствора поддерживать в пределах 70-80 °С, выдержать раствор 1,5-2,0 ч для лучшего прохождения реакции комплексообразования. Дать раствору остыть до температуры 40-45 °С и подщелочить его 25-процентным водным раствором аммиака до величины pH 7-8. В отдельных емкостях растворить в теплой воде уксуснокислый аммоний, диспергатор НФ и препарат ОС-20. Полученные растворы ввести в ванну, тщательно размешать и довести водой до заданного объема.

3.2. При приготовлении электролита состава III растворить при перемешивании в теплой воде хлористый аммоний и хлористый цинк. При наличии взвешенных частиц и помутнении раствора перед добавлением блескообразователей раствор отфильтровать, добавить необходимое количество блескообразователя Ликонды 2А-Т и довести водой до заданного объема. Затем ввести при перемешивании, рассеивая по поверхности электролита, блескообразователь Ликонда 1Б. Вначале электролит мутнеет, а при дальнейшем перемешивании становится прозрачным. Измерить величину pH. При необходимости корректировать ее соляной кислотой или гидроокисью аммония до 5,0.

3.3. Электролиты корректировать не реже двух раз в месяц по данным химического анализа на содержание основных компонентов.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 37.

4. СЛАБОКИСЛЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

4.1. Ванну залить на две трети объема теплой водой и при перемешивании растворить последовательно борную кислоту, хлористый калий (или хлористый аммоний), хлористый цинк, причем растворение каждого последующего компонента начинают только после полного растворения предыдущего. Полученный раствор охладить, отфильтровать и довести водой до заданного объема, ввести при перемешивании блескообразователь Лимеда ОЦ-1. Электролит вначале мутнеет, а при дальнейшем перемешивании становится прозрачным. Затем добавить блескообразователь Лимеда ОЦ-2.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание основных компонентов не реже двух раз в месяц.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 39.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ КАДМИРОВАНИЯ

1. СУЛЬФАТНО-АММОНИЕВЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

1.1. Растворить отдельно в горячей воде сернокислый аммоний, сернокислый кадмий, уротропин и препарат ОС-20. Полученные растворы отфильтровать в ванну, добавить раствор диспергатора НФ. Раствор довести водой до заданного объема, перемешать и определить величину pH. Для ее понижения добавить 3-процентный раствор серной кислоты и перемешивать до получения величины pH 5. Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание основных компонентов не реже двух раз в месяц. Препарат ОС-20 добавлять периодически в зависимости от качества осаждаемого покрытия.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 40.

2. СЕРНОКИСЛЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

2.1. Растворить отдельно в горячей воде сернокислый натрий и сернокислый кадмий, растворы отфильтровать в рабочую ванну и после охлаждения вводить при перемешивании необходимое количество серной кислоты. Затем ввести предварительно растворенные отдельно в горячей воде синтанол ДС-10 и мездровый клей. Раствор довести водой до заданного объема.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание основных компонентов не реже двух раз в месяц. Синтанол ДС-10 добавлять при ухудшении внешнего вида покрытия. Перед добавлением синтанола электролит необходимо регенерировать от продуктов разложения органических веществ введением активированного угля в количестве 2-3 г/л, оставляя его в электролите на 6-8 ч. После фильтрования электролита синтанол вводить в количестве, равном половине рецептурного.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 40.

3. ЭЛЕКТРОЛИТ С БЛЕСКООБРАЗОВАТЕЛЯМИ ДХТИ-203-А, ДХТИ-203-Б

3.1. Растворить отдельно в горячей воде сернокислый аммоний, сернокислый кадмий, борную кислоту. Полученные растворы отфильтровать в ванну, ввести блескообразователи ДХТИ-203-А, ДХТИ-203-Б и довести водой до заданного объема.

Электролит корректировать по данным химического анализа на сопержание основных компонентов не реже двух раз в месяц.

Блескообразователи вводить по мере ухудшения качества покрытия. Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 40.

4. ЦИАНИСТЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

4.1. Растворить отдельно в минимальных количествах воды цианистый натрий, едкий натр, сернокислый натрий и сернокислый никель. Окись кадмия развести в небольшом количестве воды до кашицеобразного состояния.

Растворить в горячей воде сернокислый кадмий и при перемешивании вливать раствор едкого натра, пос · полного осаждения гидрата окиси кадмия слить с осадка раствор.Затем в

раствор цианистого натрия ввести небольшими порциями при перемешивании полужидкую окись кадмия (или свежеосажденный гидрат окиси кадмия). После полного растворения окиси кадмия /раствор приобретает слегка коричневатый оттенок/ добавить раствор едкого натра /если электролит готовят из окиси кадмия/, а затем растворы сернокислого натрия и сернокислого никеля. Полученный раствор тщательно перемешать и после отстаивания декантировать в рабочую ванну. Затем добавить в него водный раствор сульфитного щелока и довести водой до заданного объема.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание основных компонентов не реже двух раз в месяц. Количество карбонатов не должно превышать 100 г/

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 41.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ МЕДНЕНИЯ

1. ЦИАНИСТЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ

1.1. Цианистый натрий растворить в воде и ввести в раствор при перемешивании цианистую медь в количестве, соответствующем рецептурному. При этом образуется комплексная медно-цианистая соль по реакции

$$CuCN + 2NaCN \longrightarrow Na_2Cu(CN)_3.$$

После отстаивания раствор декантировать в рабочую ванну, ввести остальные компоненты, предварительно растворенные в воде, довести водой до заданного объема. Затем раствор перемешать и проработать при плотности тока 0,2-0,3 А/дм^2 до получения качественного покрытия .

1.2. При отсутствии цианистой меди электролит следует готовить на основе солей Шевреля, которую получают в результате взаимодействия сернистокислого натрия с раствором сернокислой меди по реакциям:

$$3Cu_1SO_4 + 3Na_2SO_3 + 3H_2O \longrightarrow CuSO_3 \cdot Cu_2SO_3 \cdot 2H_2O + 3Na_2SO_4 + H_2O$$

$$2(CuSO_3 \cdot Cu_2SO_3) + 14NaCN \longrightarrow 6NaCu(CN)_2 + 4Na_2 \cdot SO_3 + (CN)_2.$$

В этом случае для приготовления электролита состава 1 в горячей (60-70 °С) воде растворить сернистокислый натрий из расчета 135 г/л, прилить при перемешивании раствор сернокислой меди из расчета 70 г/л, нагретой до той же температуры. При этом должен выпасть осадок соли Шевреля, а раствор должен обесцветиться. Раствор слить, а осадок два-три раза промыть теплой водой. Отдельно растворить в теплой воде цианистый натрий из расчета 55 г/л и приливать его к осадку соли Шевреля при перемешивании до полного растворения осадка.

1.3. Для приготовления электролита состава II необходимы 200 г/л сернокислой меди, 380 г/л сернокислого натрия и 140 г/л цианистого натрия.

Электролиты корректировать по данным химического анализа на содержание цианистой меди не реже двух раз в месяц, цианистого свободного натрия, едкого натра и виннокислого калия-натрия - один раз в месяц. Вредной примесью является углекислый калий в количестве более 100 г/л. Его следует удалять осаждением окисью бария из расчета 1,5 г/л на 1 г/л избыточного количества углекислого калия.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 42.

2. ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

2.1. Электролит готовить на основе соли Шевреля, для чего взять 210 г/л сернокислой меди и 380 г/л кристаллического сернистокислого натрия или 190 г/л безводного. Способ приготовления соли Шевреля приведен в разделе 1 настоящего приложения. Свежеосажденную соль Шевреля промыть слабым раствором едкого кали в количестве 8 г/л, хорошо перемешать, выдержать в течение 2 ч и раствор декантировать.

2.2. Растворить отдельно железистосинеродистый калий из расчета 360 г/л, довести до кипения и в кипящий раствор при перемешивании ввести соль Шевреля. Полученную массу кипятить 40 мин. Не прекращая кипячения, ввести в нее раствор едкого кали из расчета 80 г/л, нагретый до кипения, и продолжать кипячение в течение 4 ч. Горячий раствор отфильтровать через фильтр из сукна. В отфильтрованный раствор ввести виннокислый калий-натрий и довести водой до заданного объема.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание меди и железистосинеродистого калия один раз в неделю, на содержание едкого кали и сегнетовой соли – один раз в месяц.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 43.

3. ПИРОФОСФАТНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

3.1. Приготовить пирофосфат меди по реакции

$$2CuSO_4 + K_4P_2O_7 \rightarrow Cu_2P_2O_7 + 2H_2SO_4.$$

Для этого расчетное количество сернокислой меди растворить в небольшом объеме воды, подогретой до температуры 80 °С. Отдельно растворить пирофосфат калия в количестве, необходимом для осаждения пирофосфата меди, и к осадку при перемешивании приливать часть раствора пирофосфата калия до образования густой творожистой массы светло-голубого цвета, затем прилить расчетное количество воды и оставшуюся часть раствора пирофосфата калия. Осадку дать отстояться, промыть его для удаления избытка сульфат-ионов четыре-пять раз горячей водой. После отмывки осадок пирофосфата меди растворить в избытке пирофосфата калия (раствор избытка пирофосфата калия готовят из расчета 280 г соли на 0,5 л воды).

3.2. В результате образуется темно-синий раствор пирофосфатного комплекса меди по реакции

$$Cu_2P_2O_7 + 3K_4P_2O_7 \rightarrow 2K_6[Cu(P_2O_7)_2].$$

Отдельно в горячей воде растворить расчетное количество лимонной кислоты (рекомендуется раствор кислоты перед добавлением в электролит нейтрализовать 10-процентным раствором едкого кали до величины pH 6-7), добавить отдельно растворенный селенит натрия в количестве 0,002 г/л и довести ванну водой до заданного объема.

Величину pH электролита проверять ежедневно. В случае необходимости величину pH корректировать до значения 8,5 50-процентным раствором пирофосфорной кислоты или 30-процентным раствором едкого кали.

3.3. Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание меди, пирофосфата калия и лимонной кислоты не реже двух раз в месяц. Двухвалентную медь рекомендуется вводить в виде свежеосажденного пирофосфата меди или свежеосажденной гидроокиси меди.

В случае необходимости электролит корректировать по меди и пирофосфату калия. Необходимое количество пирофосфата меди растворить в горячем растворе предварительно растворенного пирофосфата калия.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 44.

4. СЕРНОКИСЛЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

4.1. Рабочую ванну наполнить на две трети объема холодной водой (для электролитов с блескообразующими добавками вода обессоленная) и при перемешивании малыми порциями вводить серную кислоту (при этом раствор нагревается), в горячий раствор вводить при перемешивании расчетное количество сернокислой меди до полного растворения. Ванну довести водой до заданного объема.

4.2. Электролит, предназначенный для осаждения мелкокристаллических, полублестящих и блестящих покрытий, очистить введением активированного угля из расчета 2-3 г/л и перекиси водорода из расчета 2 мл/л, перемешать, выдержать 2-3 ч, отфильтровать в рабочую ванну, добавить /при необходимости/ хлористый натрий и добавки, предварительно растворенные в небольшом количестве воды.

4.3. Электролиты корректировать по меди и серной кислоте не реже одного раза в месяц, по органическим добавкам - по мере ухудшения внешнего вида покрытия.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 45.

5. КРЕМНЕФТОРИСТЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

5.1. Электролит готовить растворением 135-162 г/л основной углекислой меди в 190-225 г/л 100-процентной кремнефтористой кислоты или в 420-500 г/л 45-процентной. При этом образуется кремнефтористая медь по реакции

$$CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2 + 2H_2SiF_6 \longrightarrow CuSiF_6 + CO_2\uparrow + 3H_2O.$$

5.2. Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание кремнефтористой меди и свободной кремнефтористой кислоты не реже одного раза в месяц.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 46.

ПРИЛОЖЕНИЕ 6
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ НИКЕЛИРОВАНИЯ И НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ ИЗ СПЛАВА ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЬ

1. Соли, входящие в состав электролитов никелирования и электролита для осаждения сплава железо-никель, растворить отдельно в теплой воде, а борную кислоту и фтористый натрий также отдельно - в кипящей.

2. Растворы отфильтровать в рабочую ванну и довести водой до заданного объема. Полученный электролит тщательно перемешать и определить величину pH. Для повышения величины pH в электролит осторожно при перемешивании добавлять 0,3-процентный раствор едкого натра. Для понижения величины pH добавить 1 н раствор серной кислоты в количестве примерно 1 мл/л раствора. Через 3-10 мин вновь определить величину pH. Для повышения величины pH электролита состава У при перемешивании добавлять суспензию углекислого никеля, для понижения величины pH - сульфаминовую кислоту.

3. Электролиты составов III-VI подвергнуть химической и селективной очистке, для чего в электролит добавить 2 мл/л перекиси водорода при величине pH 5 и перемешивать раствор в течение 30 мин. Добавить к раствору 3 г/л активированного угля, обработанного 10-15-процентной соляной кислотой, и в течение нескольких часов перемешивать раствор очищенным воздухом. Раствору дать отстояться в течение 6-12 ч и фильтровать в рабочую ванну так, чтобы не взмутить шлам, находящийся на дне. После химической очистки для окончательного удаления ионов меди, цинка и железа, находящихся в реактивах, электролит проработа-

тывать при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2 при перемешивании его сжатым воздухом до получения светлого никелевого покрытия.

4. После приготовления и очистки электролита от органических и неорганических примесей ввести добавки в соответствии с рецептурными данными.

При приготовлении электролитов составов I-VI из технических солей рекомендуется проводить селективную очистку.

Электролиты корректировать по данным химического анализа не реже двух раз в месяц.

Расход добавок, г/(А·ч):

бутиндиола-1,4 0,04
формалина 0,04
нафталин 1,5-дисульфокислоты динатриевой соли..... 0,5
сахарина 0,05
лаурилсульфата натрия..... 0,025

Сульфанол добавляют один раз в сутки, хлорамин Б-1 - один раз в неделю. Величину pH контролировать ежедневно. Предельно допустимые количества вредных примесей: железа - до 0,2 г/л; меди - до 0,01 г/л и цинка - до 0,01 г/л.

5. Для электролита состава VI величину pH корректировать после прохождения 20-30 А·ч/л. При накоплении железа в количестве 0,03 мг электролит подкислить до величины pH 2 и пропускать его через железные опилки до окраски электролита в грязно-зеленый цвет. Бутиндиол-1,4 вводить из расчета 0,7-0,8 мл/(А·ч).

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 47.

ПРИЛОЖЕНИЕ 7
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ХРОМИРОВАНИЯ

1. Для приготовления электролита состава I растворить хромовый ангидрид в рабочей ванне. Раствору дать отстояться и анализировать на содержание хромового ангидрида и серной кислоты. По данным анализа электролит откорректировать до нормального содержания серной кислоты.

2. При приготовлении электролита состава III в ванну с раствором хромового ангидрида для нейтрализации избытка сульфатов ввести небольшими порциями во избежание бурного вспенивания раствора карбонат стронция в количестве 1,53 г на 1 г серной кислоты, при этом в растворе образуется 1,9 г сернокислого стронция.

3. Недостающее количество сернокислого стронция и кремнефтористый калий ввести согласно рецептурным данным. Нагретый до температуры 50-60 °С раствор периодически (два-три раза в час) перемешивать в течение 10-12 ч, взмучивая осадок.

4. Таблетки продукта "Хромин" вводить в нагретый до температуры 40 °С электролит. Растворение продукта сопровождается образованием пены на поверхности электролита. Необходимо следить за тем, чтобы она не уносилась в вентиляционные каналы. Это достигается регулированием системы отсоса воздуха и снижением токовой нагрузки.

5. Блескообразователь ДХТИ вводить в два приема. Первую часть добавки растворить в нагретом электролите при перемешивании. Провести анализ на содержание в электролите сульфат-ионов. Вторую часть добавки вводить, учитывая оптимальное соотношение хромового ангидрида и сульфат-иона. Электролит корректировать блескообразователем ДХТИ-11 из расчета 20 г на 1 кг хромового ангидрида.

6. Для приготовления электролита состава V взятые по рецепту компоненты отдельно растворить в воде. К раствору хромового ангидрида прилить при перемешивании фтористоводородную кислоту.

7. Приготовленные электролиты проработать током 5-10 А·ч/л, для чего на катодную штангу завесить максимальное количество стальных пластин, а на анодную штангу - свинцовые аноды, площадь которых в три-четыре раза меньше площади пластин, завешенных на катод.

8. Электролиты хромирования контролировать по данным химического анализа на содержание хромового ангидрида, серной кислоты, примеси железа и трехвалентного хрома не реже двух раз в месяц.

9. Количество железа в электролите состава I не должно превышать 8-12 г/л, в электролите состава II - 20-25 г/л; количество трехвалентного хрома в электролите состава I не должно превышать 5-6 г/л, в электролите состава III - 20-25 г/л, в электролите состава IV - 6 г/л. При накоплении в электролите трехвалентного хрома выше указанного количества электролит прорабатывать током при максимальной катодной и наименьшей анодной плотности тока.

10. Электролит состава III корректировать сернокислым стронцием в количестве 1 г/л и кремнефтористым калием в количестве 6 г/л один раз в месяц.

11. Кадмий вводить в электролит состава IV путем анодного растворения металлического кадмия по режиму:

анодная плотность тока 30-50 А/дм^2;

соотношение поверхностей анода и катода 1:1;

скорость растворения кадмия 3 г/(А·ч).

12. Для анодов из свинца количество кадмия определять по разности масс кадмиевых анодов до и после растворения. После растворения 15 г/л кадмия электролит прорабатывать на случайных катодах при плотности тока 45-60 А/дм^2 до получения блестящих осадков хрома.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 48.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ОЛОВЯНИРОВАНИЯ

1. ЩЕЛОЧНОЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

1.1. Расчетное количество олова в виде стаината натрия или хлористого олова растворить в небольшом количестве воды (в одной трети рабочего объема). Отдельно растворить в таком же количестве воды расчетное количество щелочи, добавив перекись водорода из расчета 1 мл на литр рабочего объема электролита.

1.2. В полученный раствор щелочи при интенсивном перемешивании ввести небольшими порциями раствор соли олова, уксуснокислый натрий и перекись водорода из расчета 1 мл на литр рабочего объема. Раствору дать отстояться, декантировать его в рабочую ванну и довести водой до рабочего объема. Далее электролит тщательно перемешать и прорабатывать при соотношении анодной и катодной плотности тока 1:3 до появления на анодах золотистой пленки, а на катоде светлого осадка олова. После того как пассивная пленка сформировалась силу тока понизить приблизительно в два раза.

1.3. Во время работы ванны необходимо систематически проводить очистку анодов от шлама, так как последний, оставаясь на анодах, вызывает их пассивирование и, попадая в электролит, приводит к образованию темных и шероховатых осадков. Для обеспечения стабильности работы ванны необходимо завешивать и вынимать аноды под током, при этом на аноде сохраняется пленка золотистого цвета.

1.4. Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание стаината натрия, едкого натра /свободного/ и по мере необходимости на содержание двухвалентного олова. Анализ производить не реже двух раз в месяц.

2. ХЛОРИДНО-ФТОРИДНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

2.1. Двухлористое олово и фтористый натрий отдельно растворить в горячей воде. Полученные растворы отфильтровать в рабочую ванну и ввести в нее препарат ОС-20, предварительно растворив его в теплой воде. Довести объем раствора до рабочего водой, перемешать тщательно электролит и установить величину pH электролита в пределах 3,5-4 раствором соляной кислоты /плотность 1,19 г/см^3/, вводимой из расчета 10-15 г/л. Электролит корректировать по данным химического анализа не реже двух раз в месяц. Величину pH электролита контролировать систематически в зависимости от плотности загрузки ванны. Величину pH электролита корректировать 3-5-процентным раствором соляной кислоты.

3. СЕРНОКИСЛЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

3.1. В ванну, наполненную на два-три рабочих объема водой, при тщательном перемешивании ввести небольшими порциями расчетное количество серной кислоты. Дать раствору остыть до температуры (20±5) °С, растворить в нем, вводя небольшими порциями, расчетное количество хлористого натрия. В небольшом объеме горячей воды растворить синтанол ДМ-10, охладить раствор до (20±5) °С и ввести его в приготовленный электролит. После растворения указанных выше материалов растворить в общем объеме электролита небольшими порциями при перемешивании рассчитанное количество сернокислого олова. Довести электролит водой до заданного объема, перемешать и прорабатывать при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2 до получения светлых и плотных осадков.

3.2. Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание олова и серной кислоты не реже двух раз в месяц. Корректирование поверхностно-активными добавками производить периодически в зависимости от структуры покрытия. После фильтрации ПАВ вводить в количествах 50-100 % от рецептурного состава.

4. ПИРОФОСФАТНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

4.1. При приготовлении электролита соблюдать указанную ниже последовательность (данные приведены для приготовления 1 л электролита).

Приготовить пирофосфат олова по реакции

$$2SnCl_2 + K_4P_2O_7 \rightarrow Sn_2P_2O_7 + 4KCl .$$

Для этого 160 г/л расчетного количества двухлористого олова растворить в 250 мл подогретой до температуры 80 °С воды. Отдельно в 1 л воды растворить 135 г/л расчетного для осаждения количества пирофосфата калия. При перемешивании в раствор двухлористого олова влить часть раствора пирофосфата калия (вливать до образования густой массы осадка. Затем прилить 200-300 мл горячей воды, содержимое перемешать и добавить оставшуюся часть раствора пирофосфата калия. Дать полученному осадку отстояться, отделить его от раствора декантацией и промыть для удаления избытка ионов хлора пять-шесть раз горячей водой.

4.2. Приготовить раствор пирофосфата калия, растворив 430 г пирофосфата калия в 1 л горячей воды. Полученный после отмывки осадок пирофосфата олова растворить в избытке пирофосфата калия, введи приготовленный раствор пирофосфата калия в отмытый осадок пирофосфата олова. В результате образуется раствор калийпирофосфатного комплекса двухвалентного олова по реакции

$$Sn_2P_2O_7 + 3K_4P_2O_7 \rightarrow 2K_6\left[Sn(P_2O_7)_2\right].$$

4.3. Отдельно в 150-200 мл воды при перемешивании растворить расчетное количество солянокислого гидразина, ввести в приготовленный раствор калийпирофосфатного двухвалентного олова.

4.4. Отдельно приготовить гидролизованную желатину или мездровый клей и горячий раствор желатины /клея/ при перемешивании ввести в горячий раствор приготовленного электролита.

1.5. Гидролиз желатины (или клея) производить следующим образом.

Требуемое по составу количество желатины /клея/ залить холодной водой из расчета 25-30 мл на 1 г желатины /клея/ и оставить для набухания на 1-2 ч (допускается увеличение времени набухания до 24 ч). Набухшую желатину /клей/ подогреть до кипения, ввести концентрированную соляную кислоту в количестве 0,9-1 мл на 1 г желатины /клея/ и кипятить раствор 2 мин. Полученный раствор использовать для приготовления электролита.

Отдельно растворить смачиватель СВ-133 или СВ-1040, или моющее жидкое средство "Прогресс" в 30-50 мл горячей воды и полученный раствор ввести в приготовленный электролит.

Горячий электролит проработать в течение 5-8 ч при катодной плотности 5 А/дм^2. Поверхность катода 1 дм^2 на объем электролита 5 л. По окончании проработки электролит откорректировать до величины pH 6,9-8,5 раствором пирофосфорной кислоты или едкого кали и приступить к работе.

1.6. Проверку величины pH электролита производить 1 раз в смену. В случае необходимости pH до величины 6,9-8,5 корректировать 50-процентным раствором пирофосфорной кислоты или 30-процентным раствором едкого кали.

1.7. Один раз в неделю производить химический анализ электролита на содержание основных компонентов (двухвалентное олово, четырехвалентное олово, пирофосфат калия и солянокислый гидразин).

1.8. Электролит на двухвалентное олово, пирофосфат калия, солянокислый гидразин корректировать согласно результатам анализа в следующем порядке.

Двухвалентное олово вводить в электролит в виде пирофосфата олова, как указано в ходе приготовления электролита. В случае большого избытка пирофосфата калия в электролите приготовленный пирофосфат олова растворить в подогретом /до 60-70 °С/ электролите.

В случае необходимости корректировать электролит на общее содержание пирофосфата калия и двухвалентного олова. Приготовленное количество пирофосфата олова растворить в горячем растворе предварительно растворенного пирофосфата калия. Нежелательно корректирование электролита на содержание двухвалентного олова растворением двухлористого олова в электролите во избежание занесения в электролит большого количества хлор-ионов.

4.9. При необходимости корректировать электролит на пирофосфат калия. Расчетное количество пирофосфата калия растворить отдельно и добавить в электролит. В случае корректирования разбавленных электролитов рассчитанное количество пирофосфата калия небольшими порциями растворить непосредственно в электролите. При большой концентрации пирофосфата в электролите, низкой концентрации двухвалентного олова и в случае необходимости быстро откорректировать электролит на содержание двухвалентного олова (20-30 г/л в пересчете на металл) последнее вводить в электролит при перемешивании в виде двухлористого олова, предварительно растворенного в небольшом объеме воды.

Солянокислый гидразин добавлять к электролиту после его растворения в горячей воде.

4.10. При небольшой концентрации четырехвалентного олова (20-25 % от общего содержания олова) в электролит добавлять солянокислый гидразин до концентрации 40,0 г/л и ввести необходимые /согласно рецептурным данным/ количества двухвалентного олова и пирофосфата калия, как указано выше.

Если в электролите концентрация четырехвалентного олова составляет 50 % и больше от общего содержания олова, то электролит не пригоден для дальнейшего проведения процесса электроосаждения. Необходимо снизить содержание четырехвалентного олова минимум до 25-20 % от общего содержания олова разбавлением свежеприготовленным электролитом.

4.11. Содержание добавок поверхностно-активных веществ ацилированных производных полиглицеридов алкенилянтарных кислот, вторичных алкилсульфатов и гидролизованной желатины химическим анализом не определяется. Их концентрацию в электролите поддерживать в зависимости от внешнего вида покрытий.

Поверхностно-активные вещества вводить в электролит в таком же порядке, как для приготовления электролита. Если возможности подогреть электролит нет, горячий раствор

предварительно гидролизованной желатины (или клея) вводить в электролит при комнатной температуре.

4.12. Вредными примесями в электролите являются ионы двухвалентной меди и железа, которые способствуют окислению двухвалентного олова в четырехвалентное.

Фильтрацию электролита производить после его приготовления, после корректирования, при загрязнении электролита.

Желательно фильтровать электролит не реже одного раза в месяц.

5. СЕРНОКИСЛЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

5.1 В ванну, наполненную на две трети рабочего объема водой, при перемешивании ввести небольшими порциями расчетное количество серной кислоты. Дать раствору остыть. В остывший раствор ввести расчетное количество формалина и перемешать. В полученный раствор ввести требуемое количество ацетилацетона и перемешивать до исчезновения на поверхности масляных пятен.

5.2. Отдельно в горячей воде растворить синтанол ДС-10 и ввести его после охлаждения при перемешивании в приготовленный раствор серной кислоты с введенными органическими добавками. После растворения всех органических компонентов в раствор при перемешивании небольшими порциями ввести сернокислое олово. Электролит довести водой до заданного объема и оставить на срок не менее трех суток, после чего электролит можно использовать без проработки.

5.3. Электролит корректировать по неорганическому составу по данным химического анализа. Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 49.

Корректирование блескообразователем производить периодически в зависимости от структуры покрытия.

ПРИЛОЖЕНИЕ 9
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-ВИСМУТ

1. В ванну, наполненную на две трети рабочего объема водой, при перемешивании ввести небольшими порциями необходимое количество серной кислоты. Дать раствору остыть. В полученный раствор ввести в зависимости от состава:

расчетное количество хлористого натрия - для состава I;

небольшими порциями при перемешивании препарат ДДДМ - для состава II;

формалин и ацетилацетон при перемешивании (вводить до исчезновения на поверхности масляных пятен) - для состава III;

синтанол ДС-10, затем блескообразователь Лимеда-2, предварительно растворенный в этиловом спирте в соотношении 1:2, далее формалин - для состава IV.

2. Отдельно в небольшом количестве горячей воды растворить поверхностно-активную добавку (ДС-10, ОП-1, ОП-10, препарат ОО-10 и т.п.), дать раствору остыть и ввести в ванну, электролит довести водой до заданного объема. Небольшими порциями растворить в электролите хлорокись висмута или сернокислый висмут. Растворение вести растиранием в фарфоровой ступке.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание олова, серной кислоты, соли висмута, ДДДМ и формалина не реже двух раз в месяц.

Сульфат олова, сульфат висмута и серную кислоту вводить в электролит растворением в отобранных из ванны небольших количествах электролита. Раствор серной кислоты добавить в ванну после его охлаждения. Поверхностно-активные добавки вводить в электролит.

в зависимости от внешнего вида покрытия или от количества пропущенного через электролит электричества. Ориентировочно расход блескообразователя и синтанола ДС-10 для состава IV составит соответственно 0,3 л/(1000 А·ч) и 0,2 кг /(1000 А·ч). Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 50.

3. Состав сплава анализировать не реже одного раза в неделю. Содержание висмута в сплаве допускается 0,3 – 5 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-СВИНЕЦ

1. БОРФТОРИСТОВОДОРОДНЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ

1. Необходимое количество борфтористоводородной кислоты разлить на две части. Одну из них насытить свинцом путем введения предварительно смоченной водой окиси свинца или углекислого свинца, взятого в количестве, большем расчетного количества на 10 %. При этом происходят реакции образования борфтористоводородного свинца:

$$2HBF_4 + PbO \rightarrow Pb(BF_4)_2 + H_2O,$$

$$6HBF_4 + 2PbCO_3 \cdot Pb(OH)_2 \rightarrow Pb(BF)_2 + 4H_2O + 2CO_2\uparrow .$$

Раствор отстаивать до осветления и декантировать в рабочую ванну. Вторую часть борфтористоводородной кислоты насытить оловом. Для этого смоченную водой углекислую медь ввести в кислоту небольшими порциями при перемешивании. Образуется раствор борфтористоводородной меди по реакциям:

$$CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2 + 4HBF_4 \rightarrow 2Cu(BF_4)_2 + 3H_2O + CO_2\uparrow,$$

$$CuCO_3 + 2HBF_4 \rightarrow Cu(BF_4)_2 + H_2O + CO_2\uparrow.$$

В полученный раствор борфтористоводородной меди, подогретый до температуры 50–55 °С, ввести металлическое олово в виде гранул или стружки. При этом происходит реакция замещения меди оловом

$$Cu(BF_4)_2 + Sn \rightarrow Sn(BF_4)_2 + Cu.$$

Для ускорения реакции необходимо взять олова на одну пятую часть больше расчетного количества и раствор периодически перемешивать. Окончание реакции определять по цвету раствора /раствор борфтористоводородного олова должен быть бесцветным и прозрачным/. Полноту осаждения проверять путем добавления к отобранной пробе раствора железистосинеродистого калия. Если в растворе находится медь, то образуется красно-бурый аморфный осадок железистосинеродистой соли окиси меди.

Следы меди в растворе борфтористоводородного олова удалять путем контактного осаждения на стальную пластину. Отстоявшийся раствор декантировать в ванну. В готовый электролит ввести растворенные в горячей воде клей, гидрохинон или 10-процентные растворы синтанола ДС-10 и добавки ДС-10-натрий, довести электролит до нужного объема и тщательно перемешать.

Произвести анализ электролита и сплава. Данные анализа электролита могут отличаться по содержанию олова и свинца на 15–20 % от рецептурных. Электролит довести до нужного состава путем электрохимического растворения анодов.

Количество исходных компонентов в граммах для приготовления одного литра электролита состава 1:

Окись свинца	30-48
Олово металлическое /гранулированное/ или олово металлическое	60-70
Медь углекислая /основная/	55-65
Кислота борфтористоводородная	200-220
Кислота борная	25-35
Клей мездровый	5
Гидрохинон	1

В случае применения углекислого свинца его количество должно составлять 35-55 г/л.

Для приготовления электролитов составов I-II из концентратов борфтористоводородной кислоты, борфтористоводородного олова, борфтористоводородного свинца в воду при перемешивании последовательно ввести расчетные количества борфтористоводородной кислоты, борфтористоводородного олова и борфтористоводородного свинца. Далее ввести в зависимости от применяемого состава растворенные отдельно пептон /клей/, гидрохинон (или синтанол ДС-10) и добавку ДС-10-натрий (10-процентные растворы). Приготовленный электролит довести водой до заданного объема и тщательно перемешать. Перед употреблением электролит подвергнуть суточному отстаиванию и проработке из расчета 3-5 А·ч/л.

2. Для приготовления концентрата борфтористого олова 900 г борфтористой меди растворить в минимальном количестве дистиллированной воды. В полученный раствор ввести 380 г металлического олова. Реакцию замещения проводить при интенсивном перемешивании. Образование борфтористого олова происходит по реакции

$$Cu(BF_4)_2 + Sn \rightarrow Sn(BF_4)_2 + Cu.$$

Окончание реакции определяется по цвету раствора. Он должен быть бесцветным или слегка зеленоватым. Полноту осаждения проверять добавлением к отобранной пробе раствора железистосинеродистого калия. Если в растворе находится медь, то образуется красно-бурый аморфный осадок железистосинеродистой соли окиси меди. Полученный концентрат после отстаивания отфильтровать, сдать на анализ и использовать для приготовления электролитов составов I, II.

3. Для приготовления концентрата борфтористого свинца 400 г борфтористоводородной кислоты насыщают свинцом путем введения предварительно смоченной водой свинцовой соли, взятой в количестве 630 г. При этом происходит образование борфтористоводородного свинца по реакции

$$6HBF_4 + 2PbCO_3 \cdot Pb(OH)_2 \rightarrow 3Pb(BF_4)_2 + 4H_2O + 2CO_2\uparrow.$$

Полученный концентрат отстаивать до осветления, отфильтровать, сдать на анализ и использовать для приготовления электролитов составов I, II.

4. Электролиты корректировать по данным химического анализа электролита на содержание двухвалентного олова, четырехвалентного олова, свинца, борфтористоводородной кислоты, борной кислоты не реже двух раз в месяц. В случае, если при работе с анодами, изготовленными из сплава олово-свинец, осадок содержит свинца больше нормы, то к электролиту добавить 1 г/л клея и прорабатывать в течение 2-3 ч. Если в электролите находилось свинца больше чем нужно, то избыток его осаждать серной кислотой из расчета 0,25 мл серной кислоты (плотность 1,84) на 1 г свинца. Образовавшийся осадок удалять фильтрованием, для чего отлить часть электролита с таким расчетом, чтобы в ней содержалось с небольшим избытком то количество свинца, которое необходимо удалить из электролита. Серную кислоту приливать малыми порциями при перемешивании. После отстаивания и фильтрации отлитую часть электролита присоединить к основной и перемешать.

Корректирование электролита состава II добавками ДС-10 и ДС-10-натрий производить после прохождения тока 10 А·ч/л введением 5 мл/л добавки ДС-10 и 1 мл/л добавки ДС-10-натрий в виде 10-процентных растворов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 11
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЛАТУНИРОВАНИЯ

1. ЦИАНИСТЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ

1.1. Приготовить раствор медной соли на основе соли Шевреля, для чего взять 60 г/л сернокислого натрия и 30 г/л сернокислой меди (способ приготовления соли Шевреля приведен в разделе 1 обязательного приложения 5). Приготовить раствор цинковой соли в соответствии с обязательным приложением 3. Оба раствора слить в рабочую ванну и довести водой до заданного объема.

1.2. Для приготовления электролита состава II цианистый натрий растворить в воде и ввести в раствор при перемешивании цианистую медь и цианистый цинк в количествах, соответствующих рецептурным. При этом образуются комплексные медно-цианистые и цинко-цианистые соли по реакциям:

$$CuCN + 2NaCN \rightarrow Na_2Cu(CN)_3 ,$$

$$Zn(CN)_2 + 2NaCN \rightarrow Na_2Zn(CN)_4 .$$

После отстаивания растворы декантировать в рабочую ванну, ввести в них остальные компоненты, предварительно растворенные в воде, и довести водой до заданного объема.

1.3. Электролиты корректировать по данным химического анализа на содержание компонентов, указанных в рецептуре, не реже двух раз в месяц. В электролитах допускается присутствие карбонатов в пределах 80-100 г/л.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 52.

2. ПИРОФОСФАТНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

2.1. Приготовление растворов пирофосфата меди и пирофосфата цинка производить по реакциям:

$$2CuSO_4 + K_4P_2O_7 \rightarrow Cu_2P_2O_7 + 2K_2SO_4 ,$$

$$2ZnSO_4 + K_4P_2O_7 \rightarrow Zn_2P_2O_7 + 2K_2SO_4 .$$

Для этого расчетные количества сернокислой меди и сернокислого цинка растворить отдельно в небольших объемах воды (в одной трети общего объема). Отдельно растворить в воде пирофосфат калия в количестве, необходимом для осаждения пирофосфата меди и цинка. При перемешивании в раствор сернокислой меди влить часть раствора пирофосфата калия (вливать до образования густой творожистой массы светло-голубого цвета), ввести остальную часть раствора пирофосфата калия и воду. Осадку дать отстояться, промыть его четыре-пять раз горячей водой.

Аналогичным образом готовить пирофосфат цинка.

После отмывки осадки пирофосфата меди и цинка растворить в избытке пирофосфата калия /раствор избытка пирофосфата калия готовят из расчета 250 г соли на 0,5 л воды/. В результате образуются растворы комплексов меди и цинка по реакциям:

$$Cu_2P_2O_7 + 3K_4P_2O_7 \rightarrow 2K_6\left[Cu(P_2O_7)_2\right] ,$$

$$Zn_2P_2O_7 + 3K_4P_2O_7 \rightarrow 2K_6\left[Zn(P_2O_7)_2\right] .$$

Полученные растворы комплексных солей меди и цинка слить, прибавить отдельно растворенный однозамещенный фосфорнокислый калий в количестве 10 г/л.

2.2. Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание основных компонентов не реже двух раз в месяц.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 53.

ПРИЛОЖЕНИЕ 12
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ СЕРЕБРЕНИЯ, РАСТВОРОВ ХРОМАТИРОВАНИЯ, ИНГИБИРОВАНИЯ, ОКСИДИРОВАНИЯ, ПАССИВИРОВАНИЯ, ПРЕПАРАТА ТМФ

1. ЦИАНИСТЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

1.1. К расчетному количеству азотнокислого серебра прилить отфильтрованный раствор цианистого калия. Образовавшийся белый осадок цианистого серебра растворять в избытке цианистого калия. При этом образуется цианистый комплекс серебра по реакциям:

$$AgNO_3 + KCN \rightarrow AgCN + KNO_3,$$

$$AgCN + KCN \rightarrow KAg(CN)_2.$$

В полученный раствор добавить расчетное количество углекислого калия. Электролит довести водой до заданного объема.

1.2. При использовании дициано-(1)-аргентата калия последний растворить в воде и добавить к нему необходимые количества цианистого и углекислого калия. Приготовление электролитов для предварительного серебрения производить аналогичным путем.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 54.

2. ДИЦИАНОАРГЕНТАТНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

2.1. Дициано-(1)-аргентат калия (в виде готовой соли) растворить в воде. В полученный раствор добавить расчетное количество углекислого калия и роданистого калия, предварительно растворенных в воде и отфильтрованных. Электролит довести водой до заданного объема и тщательно перемешать.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 54

3. ИОДИДНЫЙ ЭЛЕКТРОЛИТ

3.1. Расчетное количество иодистого калия растворить в воде. В полученный раствор добавить расчетные количества иодистого серебра, трилона Б и желатины, предварительно замоченной в воде, ввести в готовый электролит. Электролит довести водой до заданного объема, тщательно перемешать.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 55.

4. ЭЛЕКТРОЛИТЫ БЛЕСТЯЩЕГО СЕРЕБРЕНИЯ

4.1. Для приготовления электролита состава IV к расчетному количеству цианистого калия добавить 1-2 мл/л 30-процентной перекиси водорода и оставить раствор на 12 ч.

Добавить в раствор активированный уголь из расчета 1-2 г/л и не позднее чем через 2 ч раствор цианистого калия отфильтровать. Расчетное количество азотнокислого серебра раст рить в воде и при перемешивании добавить к раствору цианистого калия. В результате реак ции образуется цианистый комплекс серебра. Растворить элементарный селен в цианистом к лии и добавить в электролит. Диспергатор НФ предварительно высушить выпариванием на во дяной бане. Сухой остаток подвергнуть дополнительной сушке в сушильном шкафу при темпе ратуре 80-90 °С в течение 30 мин. Навеску сухого продукта размельчить, растворить в п рячей воде и добавить в электролит. Этамон ДС вводить в виде 50-процентного водного раствора непосредственно в электролит. После охлаждения электролит тщательно перемешать

Приготовление электролита состава V производить в соответствии с разделом 1 наст ящего приложения. В готовый электролит ввести расчетное количество добавки "Эльдин". Электролит довести водой до заданного объема, тщательно перемешать.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 54.

4.2. Электролиты серебрения корректировать по данным химического анализа на содер жение компонентов, указанных в рецептуре, не реже трех раз в месяц. Электролиты также анализировать на содержание примесей меди, железа, углекислого калия не реже одного ра в месяц. Допускается содержание примеси меди до 10 г/л, железа - до 3 г/л, углекислог калия - до 100 г/л.

При корректировании цианистого электролита серебро следует вводить в виде раствора азотнокислого серебра или дициано-(1)-аргентата калия непосредственно в электролит. Циа нистый калий следует предварительно отфильтровать. Допускается корректирование хлористы серебром, полученным при регенерации электролитов и растворов, при обеспечении отмывки его от примесей. При корректировании дицианоаргентатного электролита серебро вводить в ви е раствора дициано-(1)-аргентата калия. Роданистый калий предварительно отфильтроват При корректировании электролитов блестящего серебрения серебро вводить в виде раствора азотнокислого серебра непосредственно в электролит. Цианистый калий вводить после обрабо ки его активированным углем.

После пропускания через электролит электрического тока 10 А·ч/л ввести в него 0,025 г/л селена, 0,03 г/л диспергатора НФ в такой же последовательности, как описано выше. Этамоном ДС электролит не корректировать, добавку "Эльдин" вводить по мере ухуд ния блеска в количестве 1-2 г/л. Электролиты серебрения необходимо периодически фильтро вать от механических загрязнений и взвешенных частиц.

4.3. В случае сильного загрязнения электролит блестящего серебрения обработать пер кисью водорода и активированным углем. После фильтрования электролит откорректировать п данным химического анализа.

Извлечение серебра из сборников производить следующим образом. В ванны-сборники накопления в них 1,5-2 г/л серебра завесить электроды из нержавеющей стали марки 12Х18Н9Т и магния марок МЛ1, МЛ8, соединенные вне ванны медной проволокой. Площа электродов из нержавеющей стали должна быть в два-три раза больше площади электродов ния. Магниевый электрод поместить в чехол из хлопчатобумажной ткани. Серебро осажд ется на электроде из нержавеющей стали в виде металлической фольги.

Допускается завешивание пластин из нержавеющей стали, покрытых плотным слоем се ребра, в качестве анодов в основные ванны с целью удаления серебра с пластин. При получ нии рыхлых осадков серебра последние следует счистить с пластин и сдать как отходы.

Извлечение серебра из ванн-сборников возможно также методами упаривания и экстрагирования с применением жидких экстрагентов.

5. РАСТВОР ХРОМАТИРОВАНИЯ /ПАССИВИРОВАНИЯ/

5.1. Расчетные количества хромовокислого калия и едкого кали отдельно растворить в воде и соединить.

5.2. Раствор для хроматирования корректировать по данным химического анализа на содержание хромовокислого калия и едкого кали один раз в неделю. Образующийся на дне ванны зеленоватый осадок гидрата окиси хрома влияния на процесс хроматирования не ока-

зывает. Раствор подлежит замене один раз в два – три месяца в зависимости от качества хроматирования. В случае появления на деталях после хроматирования голубоватого оттенка необходимо улучшить качество промывки после серебрения и хроматирования. Если оттенок не исчезает, что свидетельствует о наличии в растворе примеси меди, раствор следует заменить новым.

6. РАСТВОР ИНГИБИРОВАНИЯ

6.1. Расчетное количество ингибитора И-1-Е растворить в дистиллированной воде.

Раствор корректировать не раже трех раз в месяц путем введения половины первоначального количества ингибитора и фильтровать.

7. РАСТВОР ДЛЯ ОКСИДИРОВАНИЯ

7.1. К раствору сернистого натрия прилить раствор сернистокислого натрия и ввести небольшими порциями при перемешивании серную кислоту и ацетон. Приготовленный электролит отфильтровать и довести водой до заданного объема. Свежеприготовленный раствор должен содержать от 2,5 до 3,2 г/л свободного едкого натра.

7.2. Раствор корректировать по данным химического анализа на содержание сернистого и сернистокислого натрия. Недостающие сульфид натрия и сульфит натрия растворить отдельно и соединить. Проверить концентрацию едкого натра. Избыток щелочи нейтрализовать серной кислотой до установления концентрации щелочи в требуемых пределах. Ацетон вводить из расчета 5 мл на каждые 50 г сульфида натрия, вводимого в ванну. Для приготовления раствора серной печени одну массовую часть серы сплавлять с двумя массовыми частями углекислого калия в течение 15-20 мин. Полученную массу растворить в теплой воде в количестве 20-30 г/л.

8. ЭЛЕКТРОЛИТ ДЛЯ ПРОМЕЖУТОЧНОГО ПАССИВИРОВАНИЯ

8.1. Расчетное количество щелочи растворять в воде небольшими порциями, не допуская сильного разогревания и разбрызгивания раствора.

Отдельно растворить расчетное количество углекислого натрия. Растворы соединить, довести водой до заданного объема и перемешать.

9. РАСТВОР ПРЕПАРАТА ТМФ

9.1. Для приготовления одного литра раствора использовать следующие компоненты:

Тиомочевина, г 24
Формалин, л 0,3
Аммоний хлористый, г 25
Вода, л 1

Хлористый аммоний и тиомочевину последовательно растворить в воде, затем небольшими порциями, перемешивая раствор, добавить формалин. Выдержать раствор в течение 10 ч, после чего проверить величину pH. В процессе приготовления раствора на дно ванны выпадает рыхлый осадок, который не следует удалять. В процессе эксплуатации раствора контролировать величину pH, в случае необходимости, корректировать ее добавлением аммиака /25-процентный раствор/.

ПРИЛОЖЕНИЕ 13
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ СПЛАВОВ СЕРЕБРО-СУРЬМА

1. Для приготовления цианистого электролита растворить расчетное количество дициано-(1)-аргентата калия в воде или приготовить цианистый комплекс серебра в соответствии с разделом 1 обязательного приложения 12. Отдельно растворить сурьмяновиннокислый калий в растворе виннокислого калия-натрия, сегнетову соль и гидрат окиси калия в воде. Растворы соединить и прилить к раствору цианистого комплекса серебра. К полученному раствору добавить раствор углекислого калия и довести водой до требуемого объема. Электролит тщательно перемешать.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 54.

2. Для приготовления дициноаргентатного электролита отдельно растворить расчетные количества всех компонентов. Растворы отфильтровать. К раствору дициано-(1)-аргентата калия добавлять остальные растворы в указанной в составе последовательности. Электролит довести водой до заданного объема. Величину pH электролита корректировать раствором гидрата окиси калия. В приготовленный электролит ввести порошок окиси сурьмы, помещенной в мешок из хлориновой ткани.

3. Электролит для нанесения блестящего покрытия приготовить в соответствии с разделом 4 обязательного приложения 12. Отдельно растворить расчетное количество треххлористой сурьмы в растворе триэтаноламина. На 1 мас. ч. сурьмы в пересчете на металл требуется 8 мас. ч. триэтаноламина и 4 мас. ч. воды. Растворение треххлористой сурьмы вести при тщательном перемешивании в течение 30-60 мин в эмалированной емкости. При растворении происходит нагревание раствора. Для получения устойчивого комплекса температура его не должна превышать 70 °С – поэтому требуется водяное охлаждение. Приготовленный комплекс сурьмы ввести в электролит. Допустимое содержание примесей меди до 10 г/л, железа до 3 г/л, карбонатов до 100 г/л.

Электролиты корректировать по всем компонентам, кроме сурьмы, как описано в обязательном приложении 12, не реже трех раз в месяц.

В цианистый электролит ввести 0,02 г/л сурьмы, предварительно растворив ее в растворе виннокислого калия-натрия, после пропускания тока 1 А·ч/л. В электролит для нанесения блестящего покрытия сурьму вводить в виде концентрированного раствора – 50 г/л сурьмы в пересчете на металл.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 54.

Извлечение серебра из сборников производить в соответствии с обязательным приложением 12.

ПРИЛОЖЕНИЕ 14
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЗОЛОЧЕНИЯ. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЗОЛОТА

1. Для приготовления цианистого электролита расчетное количество дициано-(1)-аурата калия растворить в воде, прокипятить в течение 5-10 мин, немного остудить и отфильтровать. В раствор дициано-(1)-аурата калия ввести необходимое количество цианистого калия в виде раствора. Электролит довести до заданного объема и тщательно перемешать. Провести анализ электролита на содержание золота и свободного циана.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание золота и цианистого калия (свободного), а также на содержание углекислого калия, количество которого

не должно превышать 100 г/л, не реже трех раз в месяц. Корректирование электролита сводится к периодическому добавлению дициано-(1)-аурата калия и цианистого калия.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 56.

2. Для приготовления кислых электролитов расчетные количества лимонной кислоты и лимоннокислого калия растворить в воде, раствор нейтрализовать раствором едкого кали до величины pH 4,5-5,0, прилить к нему раствор дициано-(1)-аурата калия. К полученному раствору по каплям при перемешивании добавить растворенный в воде сернокислый кобальт или сернокислый никель. Электролит довести водой до заданного объема и тщательно перемешать.

Электролиты корректировать на содержание золота после каждой загрузки введением необходимого количества золота в виде дициано-(1)-аурата калия.

Ежедневно корректировать величину pH электролита введением лимонной или ортофосфорной кислоты, предварительно нейтрализованной едким кали (максимальное содержание цитрат-иона в электролите 80 г/л). Содержание кобальта или никеля в электролите корректировать по данным химического анализа введением сернокислой соли кобальта или никеля не реже трех раз в месяц.

При отсутствии специальных требований к чистоте и свойствам золотого покрытия в электролитах допускается накопление меди, никеля, серебра до 0,1 г/л каждого.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 56.

3. Для извлечения золота из отработанных электролитов золочения отработанный электролит подогреть до температуры 70-80 °С (кислый электролит подщелочить едким натром до величины pH 11-13) и осадить золото контактным путем, вводя в раствор полоски листового алюминия толщиной до 0,5 мм. Полноту осаждения золота проверять по сохранению блеска поверхности алюминиевой полоски. Алюминиевую полоску с осажденным золотом обрабатывать соляной кислотой до полного растворения алюминия. Осадок золота промыть несколько раз водой, перенести в фарфоровый тигель, высушить и прокаливать при температуре 900 °С в течение 30 мин.

4. Для извлечения золота из раствора для удаления покрытий раствор разбавить водой в три-пять раз. Осадок золота промыть водой до исчезновения сульфат-ионов, обработать азотной кислотой, взятой в соотношении 1:1 (для растворения примесей меди или никеля), и промыть несколько раз водой. Полученный осадок высушить и прокалить при температуре 900 °С в течение 30 мин.

5. Для изготовления окисно-рутений-титановых анодов ОРТА для цитратных электролитов пластину из титана марки ВТ1 обезжирить в соответствии с картой 14, протравить в серной кислоте, разбавленной в соотношении 1:1, при температуре 80 °С в течение 3-5 мин. Затем кистью или окунанием нанести раствор следующего состава: 8 г гидроксилхлорида рутения (IV), 10 г 15-процентного раствора треххлористого титана, до одного литра диметилформамида. Пластину с нанесенным раствором прогреть при температуре 350 °С в течение 10-15 мин. Нанесение раствора и прогрев повторить шить-десять раз. Последний прогрев при температуре 400-450 °С проводить в течение 1-2 ч. Расход соли рутения 1 г/м^2

ПРИЛОЖЕНИЕ 15
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ПАЛЛАДИРОВАНИЯ. РЕГЕНЕРАЦИЯ ЭЛЕКТРОЛИТОВ

1. Для приготовления аминохлоридного электролита расчетное количество хлористого палладия растворить в концентрированном растворе аммиака, взятом в трехкратном избытке (растворять, нагревая), до получения прозрачного раствора тетрааминохлорида палладия желтой окраски. При этом происходят реакции:

$$PdCl_2 + 2NH_4OH \rightarrow Pd(NH_3)_2Cl_2 + 2H_2O,$$

$$Pd(NH_3)_2\ Cl_2 + 2NH_4OH \rightarrow Pd(NH_3)_4Cl_2 + 2H_2O.$$

В случае использования комплексной соли транс-дихлородиамина палладия расчетное количе во этой соли растворяют в аммиаке, при этом происходит реакция образования тетраамино хлорида палладия. Полученный раствор отфильтровать, добавить к нему расчетное количест хлористого аммония, откорректировать аммиаком до требуемой величины pH Малеиновый ангидрид вводить в электролит путем непосредственного растворения его в малом объеме электролита.

2. Для приготовления фосфатного электролита расчетное количество хлористого палла растворять в концентрированном растворе аммиака, взятом в трехкратном избытке, при на вании до получения прозрачного раствора тетраминохлорида палладия желтого цвета. В от фильтрованный раствор добавить 100 г/л концентрированной соляной кислоты при содержан в растворе 20 г/л палладия в пересчете на металл. Раствор тщательно перемешивать до п ного выпадения осадка диаминохлорида палладия оранжевого цвета. После проверки полнот осаждения осадок отфильтровать, промыть четыре-пять раз 2-процентным раствором солян кислоты и два раза холодной водой. Расчетное количество фосфатов растворить в половинн объеме воды, кипятить в течение 15-20 мин и отфильтровать. Осадок диаминохлорида пал дия растворять небольшими порциями при перемешивании в нагретом почти до кипения рас ре фосфатов.

Бензойную кислоту вводить в электролит путем непосредственного растворения кислот в малом объеме электролита. Электролит довести водой до заданного объема.

3. Для приготовления сульфаматного электролита расчетные количества хлористого а ния и нитрита натрия растворить в половинном объеме воды. Отдельно растворить хлористый п дий в 25-процентном растворе аммиака по способу, описанному в п. 1 настоящего приложе ния. Полученный тетраминохлорид палладия ввести в раствор, содержащий хлористый амм ний и нитрит натрия, и аммиаком довести величину pH электролита до 8-9. Расчетное кол чество сульфаминовой кислоты растворить в минимальном объеме воды (на 80 г кислоты взять 60-80 мл воды) и, доведя раствором аммиака величину pH до 8-9, прилить к раст ру, содержащему палладий. После приготовления электролит выдержать при температуре 30-32 °С в течение 6 ч и прорабатывать на инертных электродах при катодной плотности тока 1-2 А/дм^2 в течение 2-4 ч.

Электролиты палладирования корректировать по данным химического анализа на содер ние компонентов, указанных в рецептуре, не реже трех раз в месяц. Величину pH электрол тов проверять ежедневно с помощью универсальной индикаторной бумаги. Аминохлоридный и сульфаматный электролиты корректировать 25-процентным раствором аммиака, фосфатный электролит - раствором едкого натра концентрацией 50-70 г/л. Палладий вводять в амино хлоридный и сульфаматный электролиты в виде концентрированного раствора тетраминохло да палладия (100-120 г/л палладия в пересчете на металл), в фосфатный электролит - в де соли диаминохлорида палладия. Содержание свободного аммиака в электролите аминохло ного палладирования определять по индикатору тимоловый синий. При добавлении индикатор к раствору палладирования окраска раствора должна быть фиолетово-синей. Желтая окраска раствора свидетельствует о недостатке аммиака в электролите. Малеиновый ангидрид доба лять по мере ухудшения внешнего вида покрытия в количестве 0,05 г/л один-два раза в м сяц. Бензойную кислоту вводить в количестве 0,1-0,2 г/л после двух-трех корректировок палладию. Сульфаминовую кислоту вводить в электролит после ее нейтрализации аммиаком величины pH 8 (растворять в концентрированном растворе аммиака). Фосфорнокислые соли аммония и натрия добавлять в соотношении 1,0:1,8 после их предварительного растворени небольшом объеме воды, кипячения и фильтрования. Допускается содержание в электролите 90 г/л фосфорнокислого аммония.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 57.

4. При регенерации электролиты отфильтровать от механических примесей, добавить

концентрированную соляную кислоту из расчета 100 г/л при содержании палладия в регенерируемом растворе 20 г/л. Раствор интенсивно перемешивать до полного выпадения осадка диаминохлорида палладия оранжевого цвета. После проверки полноты осаждения осадок диаминохлорида палладия отфильтровать, промыть четыре-пять раз 2-процентным раствором соляной кислоты и два раза холодной водой и использовать для приготовления и корректирования фосфатного электролита.

Для приготовления и корректирования аминохлоридного и сульфаматного электролитов осадок диаминохлорида палладия растворять в аммиаке с целью получения тетрааминохлорида палладия.

ПРИЛОЖЕНИЕ 16
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ СПЛАВА ПАЛЛАДИЙ-НИКЕЛЬ. РЕГЕНЕРАЦИЯ ПАЛЛАДИЯ ИЗ ОТРАБОТАННЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ И ПРОМЫВНЫХ ВОД

1. ЭЛЕКТРОЛИТ 1

1.1. Приготовить отдельно растворы А и Б, которые после фильтрования слить /раствор А вливают в раствор Б/, проверить величину pH электролита и при необходимости откорректировать 25-процентным раствором аммиака.

1.1.1. Приготовление раствора А: к расчетному количеству хлорида палладия прибавить 20-25 мл дистиллированной воды и размешать, чтобы не было комков. Затем порциями прилить концентрированный раствор аммиака, взятый в трехкратном избытке по сравнению со стехиометрическим соотношением. Полученный раствор нагреть до полного растворения аморфного осадка розового цвета, который образуется при добавлении аммиака. При этом происходят реакции:

$$PdCl_2 + 2NH_4OH \rightarrow Pd(NH_3)_2Cl_2 + 2H_2O,$$

$$Pd(NH_3)_2Cl_2 + 2NH_4OH \rightarrow Pd(NH_3)_4Cl_2 + 2H_2O.$$

1.1.2. Приготовление раствора Б: растворить в воде расчетное количество хлорида никеля, хлорида аммония и сульфамата аммония. Ввести 25-процентный раствор аммиака до величины pH 8,0-8,5. Отфильтровать в сосуд через бумажный фильтр раствор Б, затем в этот же сосуд отфильтровать раствор А. Проверить величину pH электролита, довести ее до значения 8,3-8,7 добавлением 25-процентного раствора аммиака. Электролит довести водой до заданного объема.

При приготовлении электролита концентрация хлорида аммония должна соответствовать нижнему значению, указанному в рецептуре, так как по мере работы электролита концентрация хлорида аммония увеличивается за счет введения корректировочных растворов. Концентрация сульфамата аммония должна соответствовать верхнему значению. Сульфаминовую кислоту вводить в электролит после ее нейтрализации аммиаком до величины pH 8.

Содержание палладия корректировать после пропускания тока в количестве 0,5 А·ч/л, добавляя тетрааминохлоридный раствор, содержащий 100-120 г/л палладия, а содержание никеля - после пропускания тока в количестве 1,5 А·ч/л, добавляя концентрированный раствор хлорида никеля с содержанием в нем металлического никеля 200-240 г/л. Корректирование сульфаматом аммония проводить по данным анализа один-два раза в неделю. Расчетное количество сульфамата аммония растворять непосредственно в электролите. Измерение величины pH электролита производить ежедневно и при необходимости корректировать.

После пропускания тока в количестве 90 А·ч/л электролит регенерировать, так как концентрация хлорида аммония достигает своей предельной величины.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 58.

2. ЭЛЕКТРОЛИТ II

2.1. Приготовить отдельно три раствора.

2.1.1. Раствор 1: расчетное количество хлорида палладия растворить в минимальном количестве 25-процентного аммиака, разбавленного водой в соотношении 1:1, при температуре 60-70 °С.

2.1.2. Раствор 2: растворить расчетное количество хлорида никеля в воде из расчета 50 г соли на 100 мл воды. В полученный раствор влить 25-процентный аммиак, вливать до установленной величины pH 9 и изменения окраски раствора в синюю.

2.1.3. Раствор 3: растворить в воде расчетное количество хлористого аммония из расчета 30 г соли на 100 мл воды. Охлажденный до температуры 20 °С раствор 1 ввести в раствор 2. В полученный раствор ввести раствор 3. Довести величину pH полученного электролита до 9,3-9,5 добавлением 25-процентного раствора аммиака. Электролит довести водой до заданного объема и дать ему отстояться не менее 12 ч, после чего проверить величину pH и при необходимости откорректировать аммиаком или соляной кислотой. Электролит корректировать по данным химического анализа не реже трех раз в месяц. Величину pH электролита измерять ежедневно и при необходимости корректировать.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 58.

3. РЕГЕНЕРАЦИЯ ПАЛЛАДИЯ

3.1. Регенерацию палладия из отработанных электролитов проводить в указанной последовательности.

3.1.1. Отфильтровать от механических примесей.

3.1.2. Добавлять небольшими порциями 20-35 - процентный раствор соляной кислоты до величины pH 1, избегая перегрева смеси. При этом происходит разрушение тетраамиохлорида палладия и образование диаминохлорида палладия, который выпадает в виде осадка желто-оранжевой окраски.

3.1.3. Раствор охладить, осадок отфильтровать через бумажный фильтр, промыть на фильтре три раза малым количеством холодной воды. Фильтрат и промывные воды соединить.

3.1.4. Влажный осадок диаминохлорида палладия растворить в 25-процентном растворе аммиака. Количество аммиака определяется расчетным путем с учетом того, что в виде диаминохлорида палладия осаждается 85-95 % палладия, содержащегося в электролите (для растворения 200-250 г диаминохлорида палладия необходимо взять 1 л 25-процентного раствора аммиака). Полученный раствор тетраамиохлорида палладия использовать при приготовлении и корректировании электролитов. В фильтрате (см.п. 3.1.3) остается 5-15 % палладия от его содержания в электролите. К фильтрату добавить соляной кислоты по п. 3.1.2, затем добавить металлический цинк (гранулированный) из расчета 10 г цинка на 1 л фильтрата. Полноту восстановления палладия проверять, добавляя к 5-10 мл раствора 1 мл 1-процентного раствора диметилглиоксима. Отсутствие желтого осадка является признаком полного восстановления палладия. Черный осадок металлического палладия отфильтровать через бумажный фильтр и промывать 10-процентным раствором соляной кислоты до устранения из промывных вод никеля /проба с диметилглиоксимом в аммиачной среде/. Осадок палладия растворить в смеси концентрированной соляной кислоты и 30-процентной перекиси водорода. После растворения палладия перекись водорода разрушить кипячением раствора. Полученный раствор нейтрализовать 25-процентным раствором аммиака до полного растворения соли и использовать для приготовления и корректирования электролитов.

Аналогичным образом извлекать палладий из промывных вод ванн - сборников.

Допускается регенерация палладия в соответствии с обязательным приложением 15

ПРИЛОЖЕНИЕ 17
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ РОДИРОВАНИЯ. ИЗВЛЕЧЕНИЕ РОДИЯ

1. Для приготовления сернокислого электролита расчетное количество хлористого родия растворить в горячей воде подкисленной серной кислотой. К раствору хлористого родия добавлять небольшими порциями горячий 40-процентный раствор едкого кали. На 1 г хлористого родия брать 5,7 г едкого кали. Избытка щелочи следует избегать, так как гидроокись родия растворяется в ней. В результате реакции образуется осадок гидрата окиси родия, а раствор обесцвечивается

$$RhCl_3 \cdot 4H_2O + 3KOH \rightarrow Rh(OH)_3 + 3KCl + 4H_2O.$$

Появление розового окрашивания свидетельствует о полном осаждении гидроокиси. Полноту осаждения проверить путем добавления к раствору двух-трех капель фенолфталеина. Осадку гидрата окиси родия дать отстояться, многократно (10-12 раз) промыть горячей водой методом декантации от ионов хлора (качественная реакция с азотнокислым серебром). Гидрат окиси родия практически не растворяется в воде, что позволяет полностью выделить его из раствора. Свежеосажденную гидроокись родия растворить при перемешивании в нагретой до температуры 70-80 °С серной кислоте, разбавленной в соотношении 1:2 и взятой в количестве, соответствующем рецептурному составу электролита. В случае неполного взаимодействия гидрата окиси родия с серной кислотой добавить 10 мл 33-процентной перекиси водорода. Процесс вводить при нагревании и обязательном перемешивании до полного растворения гидроокиси родия. При наличии готовой соли сернокислого родия приготовление электролита сводится к растворению ее в воде и добавлению необходимого количества серной кислоты. Для устойчивости родиевого комплекса в раствор при перемешивании добавить 10 мл 33-процентной перекиси водорода и кипятить 10-15 мин.

Электрохимический способ приготовления сернокислого электролита родирования основан на растворении металлического родия в растворе серной кислоты в присутствии перекиси водорода при протекании переменного электрического тока частотой 50 Гц. Электролизер должен быть изготовлен из термостойкого стекла. В верхней части его боковых стенок должны быть впаяны родиевые или платиновые проволоки диаметром 1-3 мм, используемые как контакты. В качестве электродов использовать родиевые пластины, которые перед завешиванием в электролизер активировать в растворе соляной кислоты, взятой в соотношении 1:2, переменным током при плотности тока 50 А/дм^2 в течение 3-5 мин до получения светлой поверхности. В случае отсутствия пленки на поверхности пластин активация необязательна. После активации электроды промыть водой, сушить в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение 30 мин, охладить, взвесить на аналитических весах и завесить в электролизер. Электролизер заполнить раствором серной кислоты концентрацией 48-52 г/л и включить в сеть переменного тока частотой 50 Гц через трансформатор. После включения электролизер должен работать в течение 10-20 мин при плотности тока 20-30 А/дм^2. Затем в раствор по каплям добавить необходимое количество перекиси водорода. Количество перекиси водорода и ориентировочное количество растворенного металла берется по таблице.

Плотность тока, А/дм^2	Скорость растворения родия, г/(см^2 · ч)	Скорость разложения перекиси водорода, г/(см^2 · ч)	Оптимальная концентрация перекиси водорода в растворе, г/л
20	0,002-0,005	0,002-0,003	0,8-1,5
40	0,006-0,007	0,003-0,004	1,5-2,0
60	0,008-0,009	0,005-0,010	2,0-2,5

Растворение вести при температуре 20 °С. Повышение температуры способствует образованию пассивных пленок на поверхности родиевых электродов и, следовательно, резко снижает скорость растворения родия. Родиевые пластины необходимо снова активировать в солянной кислоте.

Для поддержания заданной концентрации перекиси водорода раствор корректировать, исходя из данных о скорости разложения перекиси водорода, приведенных в таблице. После растворения необходимого количества родия электролит кипятить в течение 20-30 мин.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание родия и серной кислоты не реже трех раз в месяц.

Электролит также анализировать на содержание примесей никеля, меди, железа и серебра не реже одного раза в квартал. Допускается содержание примесей меди и железа до 1 г/л, никеля - до 2 г/л и серебра - до 0,05 г/л.

В электролит, приготовленный химическим способом, родий вводить в виде концентрированного раствора, приготовленного аналогичным путем. При корректировании электролита родирования, приготовленного электрохимическим способом, поступать следующим образом. Отобрать часть электролита и поместить в установку для растворения родия, добавить в нее перекись водорода и далее вести процесс тек, как указано для приготовления электролита. Указанный объем донасыщают родием, количество которого в граммах определяют по формуле

$$m = V\ (C_0 - C),$$

где V - общий объем электролита в ванне родирования, л;
C_0 - заданная концентрация родия в электролите, г/л;
C - концентрация родия в момент отбора электролита для электрохимического корректирования, г/л.

Насыщенный родием раствор кипятить до полного удаления перекиси водорода, после чего вливать в ванну родирования.

2. Для приготовления аминохлоридного электролита при нагреве и интенсивном перемешивании растворить 25 г хлористого родия в 100 мл воды, добавить 25-процентный раствор аммиака. Цвет раствора постепенно изменяется от темно-красного до желто-коричневого, выпадает осадок. Полученную смесь нагревать на водяной бане при температуре 90-95 °С до получения прозрачного раствора желтого цвета, который свидетельствует об образовании аминохлоридного комплекса родия. В полученном растворе растворить углекислый аммоний и довести горячей водой до 1 л. При этом происходит реакция

$$RhCl_3 + 5NH_4OH \rightarrow Rh\ [(NH_3)_5Cl]Cl_2 + 5H_2O.$$

Аминохлоридный электропит родирования корректировать по данным химического анализа на содержание родия и углекислого аммония не реже трех раз в месяц. Величину pH электролита проверять ежедневно и корректировать аммиаком или соляной кислотой. Электролит также анализировать на содержание примесей: никеля, меди, железа и серебра не реже одного раз в квартал. Допускается содержание примесей меди и железа до 1 г/л, никеля - до 2 г/л и серебра - до 0,05 г/л.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 59.

3. Для извлечения родия из сборников растворы отфильтровать от механических примесей, упарить и нейтрализовать раствором едкого кали до выпадения осадка гидроокиси родия, который используют для приготовления или корректирования электролитов путем растворения в серной кислоте - для сернокислого электролита или в аммиаке - для аминохлоридного электролита.

4. Для регенерации родия из отработанных электролитов в электролит ввести 30-процентный раствор едкого кали (вводить до выпадения осадка гидроокиси родия). Осадок отфильтровать, промыть несколько раз дистиллированной водой. Фильтрат и промывные воды соединить. Осадок гидроокиси родия использовать для приготовления и корректирования электролитов путем растворения в серной кислоте или в аммиаке. К фильтрату добавить металлический цинк в виде гранул или стружки. Окончание восстановления родия определять по обесцвечиванию раствора. Осадок родия обработать сначала соляной, а затем азотной кислотой, взятыми в соотношении 1:1, и тщательно промывать до отрицательной реакции на хлор, после

ч с выкушить при температуре 100-110 °С. Полученный порошок родия использовать для приготовления электролитов или сдать в качестве отходов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 18
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ХИМИЧЕСКОГО НИКЕЛИРОВАНИЯ

1. Составы I, III. Расчетные количества каждой из солей растворить отдельно в теплой воде. После отстаивания и фильтрования все растворы, кроме раствора гипофосфита натрия, слить вместе. Объем раствора довести до заданного, перемешать и корректировать величину pH состава I – уксусной кислотой, состава III – аммиаком. Раствор гипофосфита натрия, как правило, вводят непосредственно перед никелированием. Для приготовления состава III борную кислоту предварительно растворить в 25-процентном раствора аммиака. Для приготовления состава I в раствор добавить тиомочевину в виде 0,1-процентного раствора. Раствор для состава III корректировать без предварительного охлаждения всеми компонентами. В растворе для состава I корректировать только величину pH.

2. Состав II. Отдельно растворить и отфильтровывать в рабочую ванну сернокислый никель уксуснокислый натрий, хлористый аммоний, борную кислоту и в последнюю очередь гипофосфат натрия. Затем раствор довести водой до заданного объема и ввести расчетное количество тиомочевины, предварительно растворенной в теплой воде. Раствор тщательно перемешивать.

3. Состав IV. Наполнить ванну на три четверти водой и при перемешивании растворить в ней необходимое количество соли никеля. При приготовлении раствора следует соблюдать указанную в рецептуре последовательность растворения реактивов и каждый последующий компонент добавлять после полного растворения предыдущего. После растворения всех компонентов раствор довести водой до заданного объема и корректировать величину pH с помощью 10-процентного раствора гидроокиси натрия. Приготовленный раствор через пресс-фильтр подать в основную ванну и нагревать до температуры 80-90 °С.

4. Корректирование раствора состава IV проводить раствором – концентратом следующего состава, г/л:

Никель сернокислый	100-120
Кислота аминоуксусная	5-20
Натрий фосфорноватистокислый	90-105
Медь (II) сернокислая 5-водная	0,5-2
Цистеин	0,01-0,02

Готовить аналогично раствору химического никелирования. Концентрат непрерывно подавать в горячий работающий раствор никелирования или добавлять порциями через определенные промежутки времени, или добавлять по массе покрытия с расчетом, что на 1 г осажденного никеля требуется 50 мл концентрата.

Величину pH раствора-концентрата, равную 5-6, корректировать добавлением 10-процентного раствора гидроокиси натрия. Непрерывную подачу раствора гидроокиси натрия контролировать при помощи системы, состоящей из pH-метра, и блока автоматического титрования. Возможно корректирование величины pH раствора щелочью через определенные промежутки времени после добавления концентрата.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 60.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ СЕРЕБРЯНОГО, ЗОЛОТОГО И ПАЛЛАДИЕВОГО ПОКРЫТИЙ ХИМИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

Растворы для химического серебрения и золочения готовить растворением расчетного количества каждого компонента в воде и соединением полученных растворов в последовательности, указанной в рецептуре. Восстановитель вводить непосредственно перед нанесением покрытия.

Раствор для химического палладирования готовить в указанной последовательности. Растворить соль палладия в водном растворе трилона Б при нагревании, добавить расчетное количество этилендиамина (основания) и нагревать до полного растворения палладия. Для создания кислой среды в раствор постепенно при перемешивании вводить серную кислоту до величины pH 8,5–8,7. Раствор отфильтровать, довести водой до заданного объема, тщательно перемешать. Восстановитель (гипофосфит натрия) вводить в раствор непосредственно перед нанесением покрытия.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

1. Для приготовления сернокислого электролита взять расчетное количество серной кислоты и при перемешивании ввести в воду. После охлаждения электролит готов к работе.

Для приготовления электролита из серной и щавелевой кислот расчетное количество щавелевой кислоты растворить в воде и небольшими порциями вводить серную кислоту. После тщательного перемешивания произвести химический анализ.

2. Для приготовления хромовокислого электролита взять расчетное количество хромового ангидрида и растворить в воде.

3. Для приготовления универсального электролита в половину объема, необходимого по расчету количества воды, ввести расчетное количество щавелевой кислоты. Включить устройства перемешивания и охлаждения. После полного растворения щавелевой кислоты добавить расчетное количество серной кислоты (одновременно не более 20 мл/л во избежание нагревания электролита). Борную кислоту растворить в горячей воде и ввести в электролит. Далее добавить расчетные количества глицерина и уксусной кислоты и довести объем электролита водой до заданного объема. После тщательного перемешивания и отстаивания произвести химический анализ.

Электролиты для анодирования корректировать по данным химического анализа один–два раза в месяц. При концентрации кислот ниже рецептурной электролиты необходимо корректировать добавлением недостающих кислот. Допустимое содержание в граммах на литр примесей в электролитах: алюминия – до 25, меди – до 2, железа – до 2, ионов хлора – до 1; в хромовокислом электролите: алюминия – до 10, ионов хлора – до 0,2.

Раствор хромпика для обработки пленки контролировать два раза в месяц. Содержание сульфат-иона в растворе не должно превышать 4 г/л, ионов хлора – 1,5 г/л. Избыток сульфатов удалять из раствора хромовокислым кальцием (на 1 г серной кислоты необходимо 1,6 г хромовокислого кальция). При накоплении сульфатов выше 4 г/л или ионов хлора до 1,5 г/л допускается замена раствора. Воду для обработки пленки проверять на величину pH

не реже двух раз в смену. Если величина pH больше 6,5, воду подкислить уксусной кислотой до величины 5,5–6,5; если величина pH ниже 4,5, воду сменить.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 62.

ПРИЛОЖЕНИЕ 21
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОКРАШИВАНИЯ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

Растворы красителей готовить на дистиллированной деминерализованной воде или конденсате. По мере выпаривания в раствор доливать дистиллированную воду. Навеску красителя растворить в небольшом количестве воды при температуре 85–90 °С, дать раствору отстояться в течение 10 мин и осторожно отфильтровать его через несколько слоев марли. Приготовленный раствор тщательно перемешать, откорректировать величину pH. Для корректирования величины pH раствора необходимо добавлять раствор уксусной кислоты или раствор кальцинированной соды.

Раствор оберегать от загрязнений, закрывая в нерабочее время ванну крышкой.

Концентрация раствора зависит от требуемой интенсивности окраски деталей: для светлых тонов она должна быть до 0,5 г/л, для интенсивных тонов – 0,5 г/л и более.

Электролиты и растворы до окрашивания в неорганических красителях также следует готовить на дистиллированной воде или конденсате с обязательной фильтрацией после приготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ 22
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ЭМАЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

1. Для приготовления щавелевокислого электролита расчетное количество соли щавелевокислого калия-титана растворить в теплой дистиллированной воде или конденсате, добавить расчетные количества щавелевой и лимонной кислот. Растворить отдельно в горячей дистиллированной воде борную кислоту. Оба раствора слить в рабочую ванну и довести водой до заданного объема.

Анализ электролита производить один-два раза в неделю в соответствии со справочным приложением 63.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание компонентов согласно рецептурным данным. Количество ионов хлора в электролите должно быть не выше 0,02 г/л, алюминия – не более 1.0 г/л.

Величину pH электролита контролировать не реже одного раза в смену и корректировать раствором щавелевой кислоты.

При изменении цвета электролита от зеленого до красно-коричневого произвести интенсивное перемешивание электролита при открытой блокировочной крышке до восстановления первоначального цвета.

В процессе эмалирования в электролите образуется осадок, который необходимо удалять декантацией.

2. Для приготовления хромово-борного электролита растворить в ванне расчетное количество хромового ангидрида и прибавить необходимое количество борной кислоты, предварительно разведенной в горячей воде. Раствор перемешать и довести водой до заданного объема.

Анализ электролита производить один раз в две недели в соответствии со справочн приложением 64.

Электролит корректировать по данным химического анализа на содержание компонен согласно рецептурным данным. Величина pH электролита должна находиться в пределах 0,4-1,2.

Содержание в электролите трехвалентного хрома не должно превышать 6 г/л, сульф иона - 0,2 г/л.

Периодически электролит следует проверять на содержание алюминия и железа. Пре ное содержание алюминия в электролите 10 г/л, железа - 5 г/л.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ И ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ ХИМИЧЕСКИХ И АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ

1. Раствор состава I. В теплой воде отдельно растворить расчетные количества дву-хромовокислого калия и хлористого аммония.

Растворы соединить, добавить азотную кислоту и довести водой до заданного объема. После перемешивания и доведения температуры до технологической раствор готов к работе. Смену раствора производить после обработки 8-10 $м^2$ деталей в 1 л раствора.

2. Раствор состава II. В теплой воде отдельно растворять расчетные количества двух мовокислого калия и алюмокалиевых квасцов. Растворы соединить, добавить уксусную кисл и довести водой до заданного объема. После перемешивания раствор готов к работе.

3. Раствор состава III. В теплой воде отдельно растворить расчетные количества комп нентов. Растворы соединить, довести водой до заданного объема. После перемешивания рас вор готов к работе.

4. Электролит составв IV. В горячей воде отдельно растворить расчетные количества кислого фтористого аммония и двухромовокислого калия. Растворы соединить, добавить ортофосфорную кислоту и довести водой до заданного объема.

Электролит корректировать по результатам химического анализа добавлением недостак щего количества компонентов в растворенном виде не реже двух раз в месяц.

Анализ электролита производить в соответствии со справочным приложением 65.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ И ОКИСНО-ФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА СТАЛЬНЫЕ ДЕТАЛИ

1. Раствор состава I. Едкий натр в количестве, соответствующем среднему рецептур му значению, загрузить в сетчатую корзину и завесить в рабочую ванну, заполненную водо Сюда же после растворения щелочи добавить азотистокислый и азотнокислый натрий. Довест раствор до заданного объема, нагреть и произвести оксидирование пробных образцов. Если температура кипения раствора ниже заданной, корректировать его добавлением щелочи, если выше - добавлением воды.

2. Раствор состава II готовить аналогично раствору состава I. Рецептурное количест триэатрийфосфата, растворить в теплой воде, довести раствор водой до заданного объема.

3. Раствор состава II готовить растворением в горячей воде в отдельных емкостях ре цептурного количества тиосульфата натрия и хлористого аммония. Растворы ввести в рабоч

ванну, добавить ортофосфорную кислоту и довести водой до заданного объема.

Анализ растворов производить в соответствии со справочным приложением 66.

ПРИЛОЖЕНИЕ 25
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ МЕДИ И ЕЕ СПЛАВОВ

Рецептурное количество едкого натра растворить в теплой воде, при перемешивании в полученный раствор ввести рецептурное количество надсернокислого калия (состав I). Довести раствор водой до заданного объема.

Корректирование раствора состава I сводится к периодическому введению надсернокислого калия по мере ухудшения качества оксидной пленки. Во время работы в ванне накапливается черный осадок окиси меди, который необходимо периодически удалять, так как он способствует быстрому разложению надсернокислого калия.

Раствор состава II корректировать по данным химического анализа едким натром.

ПРИЛОЖЕНИЕ 26
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ ФОСФАТНЫХ И ОКИСНЫХ ФТОРИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

В ванну налить две трети требуемого объема воды и прибавить последовательно компоненты согласно рецептурным данным. После их растворения добавить воду до заданного объема. После перемешивания растворы готовы к работе. Не допускается применение стеклянной и эмалированной посуды.

Растворы корректировать добавлением компонентов в половинном количестве от рецептурного состава при получении слабоокрашенных пленок.

ПРИЛОЖЕНИЕ 27
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ФОСФАТИРОВАНИЯ СТАЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ И ДЕТАЛЕЙ С НАНЕСЕННЫМИ ЦИНКОВЫМИ И КАДМИЕВЫМИ ПОКРЫТИЯМИ

1. Раствор состава I готовить растворением в воде рецептурного количества препарата "Мажеф". Раствор нагреть до температуры 55–65 °С и выдержать при этой температуре 30–40 мин, добавить азотнокислый цинк и фтористый натрий в рецептурных количествах.

При получении новой партии препарата "Мажеф" установить необходимое количество этого препарата в граммах на литр для получения кислотности, соответствующей 30 точкам."

2. Раствор состава II готовить путем растворения фосфатирующего концентрата в горячей воде. Раствор корректировать по общей величине pH фосфатирующим концентратом.

3. Раствор состава III готовить растворением рецептурного количества монофосфата цинка в фосфорной кислоте, разбавленной водой. Монофосфат цинка добавить небольшими порциями при постоянном перемешивании. Для ускорения процесса растворения рекомендуется подогрев раствора до температуры 40–50 °С. Азотнокислый цинк растворить в отдельной емкости и ввести его в ванну с монофосфатом цинка. Раствор довести водой до заданного объема и тщательно перемешать.

4. Растворы составов IV, V готовить путем отдельного растворения рецептурных количеств монофосфата цинка, азотнокислого цинка и азотнокислого натрия в воде. Растворы слить, довести до заданного объема и перемешать.

5. Растворы корректировать один раз в неделю. Общую величину pH 60-70 "точек" и свободную величину pH 6-9 "точек" определять ежедневно.

При уменьшении общей величины pH (если она ниже нормы) в фосфатирующий раствор добавить недостающие количества препарата "Мажеф" и азотнокислого цинка из расчета на каждую недостающую "точку" 1 г препарата "Мажеф" и 3 г азотнокислого цинка. При корректировании раствора необходимые добавки солей предварительно растворять в воде или в небольшом количестве фосфатирующего раствора и вливать в ванну при перемешивании. При длительной работе в фосфатирующем растворе накапливается большое количество нерастворимого осадка, который затрудняет образование качественного покрытия, поэтому часть осадка (но не весь осадок) рекомендуется один раз в неделю удалять из ванны.

6. Раствор состава VI готовить растворением рецептурного количества монофосфата цинка в воде и приливанием к нему водных растворов азотнокислого цинка и азотнокислого бария. Растворы корректировать один раз в неделю.

ПРИЛОЖЕНИЕ 28
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПАССИВИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ, МЕДИ И ЕЕ СПЛАВОВ, АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

Расчетные количества составляющих компонентов растворить отдельно в теплой воде и слить в рабочую ванну. После охлаждения раствора осторожно ввести необходимое количество серной кислоты (для составов I, III, IV). Раствор состава II приготавливать путем осторожного приливания азотной кислоты в холодную воду. Полученные растворы довести водой до заданного объема и тщательно перемешать. Корректирование производить по данным химического анализа на содержание исходных компонентов.

Анализ растворов производить в соответствии со справочным приложением 68.

Для корректирования раствора состава V необходимо приготовить концентрат. Для этого сухие соли взять в следующем процентном соотношении:

Калий кремнефтористый	44-50
Кислота борная	28-25
Калий железосинеродистый	28-25

Смесь перемешать. При корректировании раствора на 1 г/л хромового ангидрида ввести 2 г/л концентрата, предварительно растворив его в воде.

Величина pH раствора состава V доводится до значения 1,5 азотной или фтористоводородной кислотой.

ПРИЛОЖЕНИЕ 29
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ПОЛИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СТАЛЕЙ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

1. Электролит состава I готовить введением серной кислоты в ортофосфорную. После тщательного перемешивания и охлаждения смесь влить в водный раствор хромового ангидрида. Полученный раствор выпаривать при температуре 90-110 °С до необходимой плотности и проработать при анодной плотности тока 20-40 А/дм^2 из расчета 5-6 А·ч/л раствора.

2. Электролит состава II готовить введением бутилового спирта в фосфорную кислоту.

3. Электролиты корректировать добавлением воды или свежих порций раствора до нужной плотности. Химический анализ на содержание фосфорной кислоты, хромового ангидрида и трехвалентного хрома производить не реже одного раза в месяц. При накоплении в электролите трехвалентного хрома свыше 1,5 % окислить его проработкой под током при анодной плотности тока 4-5 А/дм^2 и катодной плотности тока 7-10 А/дм^2 при температуре 20-40 °С (электроды свинцовые). Катоды поместить в пористые диафрагмы, наполненные фосфорной кислотой (плотность 1,6 г/см^3). При накоплении железа свыше 7 % электролит заменить свежим.

Анализ электролитов производить в соответствии со справочным приложением 67.

ПРИЛОЖЕНИЕ 30
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО ПОЛИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩИХ СТАЛЕЙ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Раствор состава I готовить путем растворения хлористого натрия и красителя в воде. В полученный раствор влить соляную и азотную кислоты, в охлажденную смесь влить серную кислоту.

Раствор состава II готовить введением азотной кислоты в ортофосфорную.

Раствор состава III готовить растворением азотнокислого калия в фосфорной кислоте.

ПРИЛОЖЕНИЕ 31
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПАСТ ДЛЯ ПОЛИРОВАНИЯ ЧЕРНЫХ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Для приготовления водорастворимой полировочной пасты состава I необходимое количество воды нагреть до кипения, добавить в нее последовательно глицерин, измельченное мыло и тиомочевину. После того как мыло полностью расплавится, при перемешивании ввести микропорошок и препарат ОП-7. Массу кипятить до достижения вязкости, которую качественно следует проверять по стеканию массы с мешалки (готовая паста в нагретом состоянии должна капать, а не стекать с нее). Паста имеет твердость хозяйственного мыла, плавится при температуре около 100 °С.

При приготовлении полировочной пасты состава II на закрытом огне сначала расплавять в металлической посуде жир, ввести специальные добавки и затем при перемешивании всыпать абразив. Полученную однородную массу отлить в специальные формы и охладить.

ОСНОВНЫЕ НЕПОЛАДКИ В РАБОТЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Цинковое (электролиты цианистые, составы Y, YT)	Хрупкое покрытие	Присутствие органических примесей	Ввести 1-2 г/л активированного угля при перемешивании, через 2-3 ч электролит отфильтровать и проработать при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2
	Непрокрытие цинком углубленных участков деталей	Высокая концентрация цинка в электролите	Снизить концентрацию цинка в электролите, разбавив электролит водой до нормы
		Недостаточная концентрация цианида и щелочи в электролите по отношению к цинку	Добавить цианистый натрий, [illegible]ий натр
	Темное покрытие, плохо осветляется	Высокая температура электролита	Снизить температуру электролита
		Присутствие примесей меди, олова и других тяжелых металлов	Отфильтровать электролит и проработать при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2. Ввести в электролит 3-4 г/л сернистого натрия
	Шероховатый грубый осадок	Присутствие взвешенных частиц (шлама) в электролите	Отфильтровать электролит. Очистить аноды. Надеть чехлы на аноды
		Высокая плотность анодного или катодного тока	Снизить анодную или катодную плотность тока
	Медленное наращивание цинкового покрытия, сопровождаемое газовыделением на катоде	Избыток цианидов в электролите по отношению к цинку	Снизить содержание цианидов
	Образование белой, блестящей пленки на анодах и снижение концентрации цинка в электролите	Пассивирование анодов вследствие их малой поверхности или недостатка цианидов	Увеличить поверхность анодов, протравить аноды. Увеличить содержание цианидов
	Кристаллизация солей на стенках ванны. Трудность введения добавок вследствие их плохой раствори-	Накопление в электролите карбонатов более 100 г/л	[illegible] нием окиси бария или кальция из расчета 1,5 г на 1 г карбонатов или охладить электролит

	Кристаллизация солей на стенках ванны. Трудность введения добавок вследствие их плохой растворимости	Накопление в электролите карбонатов более 100 г/л	Удалить карбонаты добавлением окиси бария или кальция из расчета 1,3 г на 1 г карбонатов или охладить электролит, затем отфильтровать
	Ухудшение блеска цинкового покрытия	Перегрев электролита	Снизить температуру
		Низкая катодная плотность тока	Повысить катодную плотность тока до оптимальной
		Недостаток блескообразователя	Добавить 1-2 г/л сернистого натрия или блескообразователя БЦ-1 или БЦУ
	Отслаивание, вздутие покрытия	Некачественная подготовка деталей перед нанесением покрытия. Наличие скрытых дефектов металла вследствие того, что грязь и окалина закатываются в листовой матрице	Улучшить подготовку деталей
	Интенсивное выделение водорода, цинковое покрытие не осаждается	Большой избыток цианидов в электролите, загрязнение шестивалентным хромом	Снизить содержание цианидов, очистить от шестивалентного хрома обработкой гидросульфитом натрия или цинковой пылью пылью
	Быстро увеличивается содержание цинка в электролите	Низкий катодный выход по току при высоком анодном выходе. Химическое растворение анодов	Уменьшить катодную плотность тока. Завесить стальные аноды
		Избыток цианидов и щелочи в электролите	Снизить содержание цианидов и щелочи
		Высокая температура электролита	Снизить температуру
Цинковое (электролит цинкатный, состав I)	Хрупкое покрытие	Присутствие органических примесей	Ввести 3-5 г/л перекиси водорода, перемешать, затем через 2 ч ввести 1-3 г/л сульфида натрия, перемешать и ввести 1 г/л активированного угля, тщательно перемешать и через 2 ч отфильтровать

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
	Непрокрытие цинком углубленных участков деталей	Высокая концентрация цинка или высокая концентрация тиомочевины	Снизить концентрацию цинка или тиомочевины разбавлением. Осадить тиомочевину добавлением 0,5-1,0 г/л сернистокислого натрия.
	Темное покрытие, плохо осветляется	Присутствие в электролите примесей меди	Добавить 0,1-0,5 г/л трибензиламина и 5 г/л трилона Б Исключить попадание меди в электролит, ввести 3-4 г/л сульфида натрия. Отфильтровать и проработать при плотности тока 0,2 А/дм^2
	Шероховатый грубый осадок, налипание на поверхность деталей мелких частиц	Присутствие взвешенных частиц (шламе) в электролите	Ввести 1 г/л активированного угля и отфильтровать. Очистить аноды в соляной кислоте. Надеть чехлы на аноды
	Низкая скорость осаждения цинка	Избыток полиэтиленполиамина и тиомочевины	Осадить перекисью водорода избыток полиэтиленполиамина и тиомочевины до нормы
		Низкая концентрация цинка	Увеличить концентрацию цинка добавлением прозрачного цинката (раствора окиси цинка в едком натре)
	Подгар деталей	Избыток полиэтиленполиамина или цинка	Осадить полиэтиленполиамин перекисью водорода до нормы, снизить концентрацию цинка
Цинковое (электролит аммиакатно-уротропиновый, состав II)	Покрытие темно-серого цвета, раствор прозрачный	Присутствие примесей меди более 0,2 г/л, железа более 3 г/л Низкое содержание клея в электролите	Прорабатывать электролит при плотности тока 0,2-0,3 А/дм^2 до получения светлых покрытий Добавить 0,5-1,0 г/л клея
	На краях деталей образуется подгар и губчатый осадок на внутренних поверхностях	Высокая плотность тока Высокая концентрация цинка Низкая температура электро-	Снизить плотность тока Снизить концентрацию цинка Повысить тем-

	Осадки цинка шероховатые, на внутренних поверхностях покрытие отсутствует	лита Недостаток в электролите хлористого аммония	Определить содержание хлористого аммония и откорректировать электролит
	Осадок цинка шероховатый	Присутствие в электролите взвешенных частиц (шлама)	Отфильтровать электролит
	Образование осадка белого цвета на стенках ванны и анодах	Кристаллизация избыточных солей цинка вследствие понижения температуры электролита	Повысить температуру электролита
Цинковое (электролиты слабокислые, составы III, IV)	Цинк не осаждается	Плохие контакты Присутствие шестивалентного хрома	Зачистить контакты Обработать электролит гидросульфитом натрия
	Плохое сцепление, шелушение покрытий	Некачественное обезжиривание и активирование перед цинкованием Присутствие тяжелых металлов и органических примесей Слишком толстый слой цинка	Улучшить подготовку поверхности деталей Удалить примеси Не превышать толщину цинкового покрытия более 24 мкм
	Шероховатые осадки	Высокая анодная плотность тока Низкая концентрация цинка в электролите при цинковании на подвесках Присутствие взвешенных частиц	Установить соответствующую величину анодной плотности тока Проанализировать и откорректировать электролит Произвести тщательную фильтрацию электролита. В случае применения высоких плотностей тока при цинковании на подвесках необходима непрерывная фильтрация электролита
		Присутствие ионов железа	Проверить ванну на загрязнение железом. Удалить из ванны упавшие с приспособления детали
		Намагничивание деталей	Размагнитить детали перед цинкованием
	Питтинг	Присутствие органических примесей	Провести очистку электролита активированным углем, отфильтровать
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
		Недостаточная скорость передвижения деталей	Увеличить скорость передвижения деталей
	Осадки матовые	В электролите сильно занижена концентрация блескообразователей Ликонда ZnSR-A или Лимеда ОЦ	Добавить в электролит блескообразователь Ликонда ZnSR-A или Лимеда ОЦ
		Низкая или высокая концентрация блескообразователей	Откорректировать содержание блескообразователей
		Присутствие органических примесей	Очистить электролит активированным углем, отфильтровать
		Присутствие меди, никеля, свинца, кадмия	Проработать электролит при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2. Тщательно изолировать катодные и анодные штанги
	Осадки хрупкие	Высокая температура электролита	Охладить электролит до 20-25 °С
		Высокая концентрация цинка в электролите	Уменьшить площадь анодов. Разбавить электролит
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока. Если необходимо работать при повышенных плотностях, наладить интенсивное перемешивание при помощи передвижения деталей
		Наличие органических примесей	Провести очистку раствора от органических загрязнений
	Покрытие темное	Некачественная подготовка деталей	Улучшить подготовку поверхности деталей
		Высокое содержание железа в электролите	Очистить от примесей железа
		Присутствие тяжелых металлов	Проработать электролит при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2
		Низкая концентрация блескообразователя Ликонда ZnSR-C или Лимеда-ОЦ (особенно, если покрытие темное при малых	Добавить в электролит блескообразователь Ликонда ZnSR-C или Лимеда ОЦ
	Покрытие полосатое		

	плотностях тока)	
Покрытие полосатое	Несоответствующая концентрация основных компонентов раствора	Проверить и откорректировать электролит по цинку и ионам хлора
Увеличенный расход блескообразователя	Высокая концентрация цинка	Откорректировать электролит
	Присутствие органических примесей, особенно при нанесении покрытия в барабане	Очистить электролит активированным углем и отфильтровать
	Высокая температура электролита	Охладить электролит до температуры 20-25 °С
Образование белой пленки на аноде	Пассивирование анодов вследствие их малой площади	Добавить аноды
Белые пятна после сушки	Низкая концентрация цинка	Добавить хлористый цинк
	Недостаточная промывка	Увеличить время промывки
При нанесении покрытия в колоколах и барабанах образуются матовые и черные точки	Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Высокая концентрация цинка в электролите	Разбавить электролит
	Слишком малы отверстия в барабане, колоколе	Увеличить отверстия, если это позволяют размеры покрываемых деталей
	Детали скользят в колоколе и не перемешиваются	Предусмотреть ребра внутри колокола для перемешивания деталей
Помутнение электролита при введении блескообразователя Ликонда ZnSR-B, не исчезающее при перемешивании	Низкая концентрация блескообразователей	Добавить в электролит блескообразователи Ликонда ZnSR-C, Ликонда ZnSR-A или Лимеда ОЦ-1, Лимеда ОЦ-2
	Ликонда ZnSR-A, Ликонда ZnSR-C или Лимеда ОЦ-1, Лимеда ОЦ-2	
Покрытия пятнистые после бесцветного или голубого пассивирования	Высокая концентрация блескообразователей	Уменьшить добавку блескообразователей
	Присутствие меди, кадмия или свинца	Обработать электролит цинковый пылью и проработать при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2
	Присутствие железа	Обработать электролит перекисью водорода и отфильтровать
	Неправильно составлен раствор пассивирования	Заменить раствор
	Засорен раствор пассивирования	Заменить раствор

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
	Низкая скорость осаждения цинкового покрытия	Низкая концентрация ионов хлора в электролите Малая площадь анодов Низкая плотность тока Неисправности в подаче тока	Добавить хлористый аммоний Увеличить площадь анодов Повысить плотность тока Проверить соединения, выпрямители и т.д.
Кадмиевое (электролит сульфатно-аммониевый, состав I)	Покрытие пятнистое, дымчатое, неоднородное В углублениях деталей покрытие темное	Низкая концентрация цинка Занижена температура электролита (менее 15 °С) Низкая кислотность электролита	Добавить хлористый цинк Повысить температуру Откорректировать величину pH до 6 введением 1-процентного раствора серной кислоты
	Выпадение в раствор осадка солей кадмия Крупнокристаллический осадок	Концентрация уротропина выше 30 г/л Понижение величины pH до 2-3, повышение температуры электролита	Откорректировать электролит по уротропину Откорректировать pH до 4-6 введением 25-процентного раствора аммиака, снизить температуру
	Губчатое и темное покрытие	Повышенная плотность тока Присутствие примесей железа и других тяжелых металлов	Снизить плотность тока Проработать электролит при плотности тока 0,3-0,5 А/дм^2
Кадмиевое (электролит сернокислый, состав II)	Образование дендритов, подгар	Высокая плотность тока, недостаточное расстояние между электродами	Снизить плотность тока, увеличить расстояние между электродами
	Отслаивание, вздутие покрытия	Некачественное обезжиривание и активирование	Улучшить подготовку деталей
Кадмиевое (электролит цианистый, состав IV)	Осадок серого цвета с дендритами в виде нитей	Низкое содержание синтанола Низкое содержание клея	Ввести 2-3 г/л синтанола Ввести 2 г/л клея
	Отслаивание, вздутие покрытия, непрокрытие участков поверхности детали	Некачественная подготовка поверхности	Улучшить подготовку поверхности
	деталях, хрупкое по-	Низкое содержание едкого натра примесей	Добавить едкий натр

	Блестящие пятна на деталях, хрупкое покрытие	Присутствие органических примесей	Ввести 5 г/л активированного угля и после тщательного перемешивания дать электролиту отстояться в течение 10-15 ч, после чего электролит отфильтровать
		Высокое содержание сернокислого никеля	Проработать электролит при плотности тока 0,3-0,5 А/дм^2
	Осадок на катоде темный пятнистый при одновременном почернении анодов	Присутствие в электролите примесей олова, свинца, сурьмы, серебра	Проработать электролит при плотности тока 0,3-0,5 А/дм^2
		Низкое содержание цианидов и щелочи	Добавить цианид и едкий натр
		Мала анодная поверхность	Увеличить поверхность анодов
	Покрытие шероховатое	Присутствие взвешенных частиц (шлама)	Отфильтровать электролит
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Низкий выход по току	Низкое содержание кадмия в электролите, низкое содержание едкого натра при избытке цианида	Добавить кадмий, оставляя аноды в ванне, и в нерабочее время повысить содержание едкого натра, понизить плотность тока
	Почернение и плохая растворимость анодов, электролит мутный и наблюдается выпадение осадка на дно ванны	Низкое содержание цианида	Отфильтровать и откорректировать электролит, очистить аноды
	Низкий выход по току, покрытие матовое, полосатое	Избыток углекислого натрия (свыше 100 г/л)	Удалить избыток углекислого натрия вымораживанием или осаждением окисью бария
Медное (электролиты цианистые, составы I, II)	Осадок темный, порошкообразный, сильное газовыделение на катоде	Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Белый налет на анодах	Недостаток цианидов	Проверить содержание цианидов и откорректировать электролит
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока. Очистить аноды от налета
	На анодах коричневый или голубой налет	Мала анодная поверхность	Увеличить анодную поверхность

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
	Покрытие пористое темно-красного цвета, низкий выход по току	Избыток цианидов или недостаток солей меди	Добавить медные соли
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Вздутие и отслаивание медного покрытия, пятна на нем	Избыток цианидов, высокая анодная плотность тока, попадение электролита в поры	Добавить медные соли, увеличить поверхность анодов, улучшить промывку
		Низкая температура	Повысить температуру электролита
	Темный, пятнистый осадок, электролит голубого цвета	Недостаток цианидов в электролите	Добавлять цианистый натрий до исчезновения голубого цвета
	Аноды покрыты плотной серой пленкой. Концентрация металла в электролите быстро падает	Высокая, более 100 г/л, концентрация карбонатов в электролите	Удалить избыток карбонатов и зачистить аноды
Медное (электролит железистосинеродистый, состав III)	На анодах белый налет	Высокая плотность тока	Зачистить аноды, снизить плотность тока
	Покрытие шероховатое	Присутствие механических примесей	Отфильтровать электролит
	Выпадение на дно ванны кристаллов желтого цвета	Низкая температура электролита	Повысить температуру до 50-60 °С
Медное (электролит пирофосфатный, состав IY)	На анодах беловато-голубоватый налет	Высокая плотность тока	Зачистить аноды, снизить плотность тока
	Покрытие имеет серовато-синеватый оттенок	Величина pH больше 8,5	Добавить 5-процентный раствор ортофосфорной или серной кислоты до заданного значения величины pH
Медное (электролит сернокислый,	Структура покрытия грубая, крупнокристаллическая	Недостаток кислоты или избыток сернокислой меди. Высо-	Добавить в электролит серную кислоту. Снизить плотность

	Темное шероховатое покрытие	Попадание закиси меди в покрытие	Добавить серную кислоту
	Шероховатое покрытие ("наброс")	Присутствие механических примесей	Отфильтровать электролит
	На покрытии темные полосы	Присутствие мышьяка	Проработать электролит. Проверить аноды и серную кислоту на содержание мышьяка
	Хрупкое с темными пятнами покрытие	Недостаток серной кислоты	Добавить серную кислоту
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Непрочное порошкообразное покрытие	Недостаточное содержание серной кислоты или сернокислой меди в электролите	Добавить сернокислую медь или серную кислоту
Никелевое	Никель на деталях не осаждается, происходит обильное газовыделение	Низкая величина pH электролита	Проверить величину pH и откорректировать 3-процентным раствором едкого натра
	Никель не осаждается, черное мажущее покрытие	Низкая плотность тока	Повысить плотность тока
		Низкая температура электролита	Подогреть электролит
		Неправильное включение полюсов на ванне	Проверить и переключить полюса
	Несплошность покрытия	Недостаточное обезжиривание деталей	Улучшить подготовку поверхности деталей
		Детали взаимно экранируются на подвеске	Изменить расположение деталей
		Отсутствие контакта подвески со штангой	Проверить контакт подвески
	Покрытие имеет желтоватый оттенок, на кромках деталей возможно образование зеленых гидратов окиси никеля	Высокая величина pH	Проверить величину pH и подкислить электролит 3-процентным раствором серной кислоты
		Чрезмерно высокая катодная плотность тока	Снизить плотность тока
		Недостаток фтористых солей в электролите	Добавить фториды до нормы
	Аноды покрыты коричневой или черной пленкой	Малая площадь анодов	Увеличить площадь анодов
		Низкая концентрация хлористого натрия в электролите	Добавить хлористый натрий
	Покрытие отслаивается	Некачественная подготовка поверхности деталей	Улучшить подготовку

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
		Прерывание тока или изменение его плотности	Устранить возможность прерывания тока
	Блестящее покрытие, с продольными трещинами	Присутствие солей железа более 0,2 г/л или избыток блескообразователя	Подкислить электролит серной кислотой до величины pH 3 и проработать его при плотности тока 0,2 А/дм^2
	Появление черных или коричневых полос или общее почернение покрытия	Присутствие солей цинка	Добавить известковое молоко или мел до величины pH 6,3 и отфильтровать осадок
	Отслаивание покрытия в виде мелких блестящих чешуек, легко осыпающихся от прикосновения	Слишком кислый электролит и высокая плотность тока	Подщелочить электролит и снизить плотность тока
		Низкая концентрация сернокислого никеля в электролите при большом содержании проводящих солей	Добавить сернокислый никель
	Сильнопористое покрытие	Недостаток фтористого натрия в электролите	Добавить фтористый натрий
	Питтинг	Присутствие органических примесей и солей железа	Подкислить электролит, ввести 5 мл/л 3-процентного раствора перекиси водорода, электролит нагреть, перемешать, довести до величины pH 6 и отфильтровать
		Понижение температуры электролита	Повысить температуру
		Недостаточное воздушное перемешивание	Усилить перемешивание
		Повышенная плотность тока из-за неправильного расположения деталей и анодов	Завесить детали на одинаковом расстоянии от анодов
		Присутствие масла	Наладить работу фильтра для очистки воздуха
Никелевое (состав Y)	Дендриты, шероховатость	Присутствие шлама и прочих механических частиц	Отфильтровать электролит
		Большое содержание железа	Провести селективную очистку электролита. Проверить анодные чехлы
	Хрупкие осадки	Присутствие органических загрязнений	Очистить электролит от органических загрязнений
		Понижение содержания лаурилсульфата натрия	Добавить лаурилсульфат натрия

Таблица [illegible]		Большое содержание железа	Провести селективную очистку электролита. Проверить анодные чехлы
Никелевое (состав VI)	Хрупкие осадки	Присутствие органических загрязнений Понижение содержания лаурилсульфата натрия	Очистить электролит от органических загрязнений Добавить лаурилсульфат натрия
	Низкая скорость осаждения никеля	Низкая величина pH	Откорректировать величину pH электролита
	Питтинг	Низкая концентрация борной кислоты Низкая величина pH	Добавить борную кислоту Откорректировать величину pH электролита
	Изменился состав	Изменилось соотношение металлов в растворе Высокая величина pH	Откорректировать электролит Подкислить до величины pH 3,0
	Пригар на краях	Накопление солей железа	Провести регенерацию электролита
	Полосы на покрытии	Низкая концентрация 1,4-бутиндиола	Добавить 1,4-бутиндиол
	Отсутствие блеска покрытия Шероховатость осадка	Присутствие взвешенных частиц	Отфильтровать электролит. Аноды поместить в более плотные чехлы
Никелевое наносимое химическим способом (составы I, II)	Самопроизвольное осаждение металлического никеля в виде черных точек на деталях и внутренней поверхности ванны	Присутствие следов металлического никеля или других очагов кристаллизации на дне и стенках ванны Перегрев раствора никелирования Образование газовых мешков	Раствор заменить. Промыть ванну азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1, и водой с помощью щетки Поддерживать указанный температурный режим Завешивание деталей в ванну производить так, чтобы пузырьки газа свободно удалялись
	Наличие непокрытых мест на деталях сложной конфигурации Частичное отложение никеля на внутренней поверхности ванны	Неравномерное омывание поверхности деталей раствором Касание деталями дна и стенок ванны во время процесса никелирования	Производить встряхивание деталей в ванне в процессе никелирования Устранить касание деталями дна и стенок ванны
	Покрытие растрескивающееся, хрупкое	Высокая величина pH раствора	Откорректировать величину pH добавлением 10-процентного раствора уксусной кислоты

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Никелевое, наносимое химическим способом (состав III)	Покрытие грубое, шероховатое	Низкая величина pH раствора	Откорректировать величину pH добавлением 10-процентного раствора едкого натра
	Рабочий раствор мутнеет в процессе никелирования	Высокая величина pH раствора	Проверить величину pH раствора и довести до нормы молочной кислотой
		Поступление газообразного аммиака помимо вводного штуцера	Слить раствор в запасную емкость, проверить герметичность газопровода, устранить утечку газообразного аммиака
	Возрастание тока анодной защиты до 0,8-1,4 А на 1-12 ч работы	Плохо промыта ванна-реактор	Слить раствор в запасную емкость и промыть ванну
	Саморазложение раствора в начале работы	Плохо промыта ванна-реактор	Слить раствор в запасную емкость и промыть ванну
	"Кипение" нагретого свежеприготовленного раствора	Плохо промыта ванна	Слить раствор в запасную емкость, промыть ванну, особо тщательно протереть место стыка верхней и нижней частей ванны и разделяющую их прокладку (из вакуумной резины) азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1
	Показания амперметра (ток анодной защиты) выше 1,4 А	Осаждение металлического никеля на стенках ванны-реактора	Слить раствор в запасную емкость, промыть ванну и удалить никель. При необходимости заанодировать ванну-реактор
Никелевое, наносимое химическим способом (состав IV)	Раствор нестабилен (бурное газовыделение при отсутствии деталей)	Перегрев раствора, нарушено соотношение компонентов раствора, завышена величина pH	Перекачать раствор через пресс-фильтры в запасную ванну, откорректировать раствор согласно данным анализа
	Слабое газовыделение	Неправильно откорректирован раствор, низкая температура раствора	Откорректировать раствор, повысить температуру
	Покрытие осаждается только на отдельных участках дета-	Некачественное обезжиривание	Улучшить обезжиривание

	дей или отслаивается		
Хромовое	Покрытие не осаждается или осаждается частично	Отсутствие контакта детали с приспособлением или катодной штангой	Обеспечить контакты
		Низкая плотность тока	Повысить плотность тока
		На анодах окисные хроматные пленки	Очистить аноды
		Окисление подслоя никеля при его полировке	После удаления покрытия изделие подвергнуть легкой полировке крокусной пастой
		Отсутствие хромового покрытия вокруг отверстия	Закрыть отверстия винипластовыми или целлулоидными пробками
	Матовое или шероховатое покрытие, главным образом на выступающих частях деталей	Повышенная плотность тока	Установить правильное соотношение между температурой и плотностью тока
		Недостаточная рассеивающая способность	Увеличить расстояние между электродами, применить защитные катоды
		Толстый слой окислов и хроматов свинца на анодах	Очистить аноды стальной щеткой или травить в растворе состава: 100 г/л винокислого калия-натрия и 80 г/л едкого натра
		Снижение или повышение концентрации хромового ангидрида (ниже 200 и более 350 г/л) в саморегулирующемся электролите	Проверить содержание хромового ангидрида, откорректировать электролит
		Недостаток кремнефтористого калия в саморегулирующемся электролите	Добавить кремнефтористый калий
	Покрытие не осаждается на углубленных местах деталей (низкая кроющая способность)	Низкая плотность тока	Установить дополнительные аноды. Толщина анода должна составлять 1-3 диаметра углубления. При завешивании деталей в первые 0,5-1,0 мин повысить плотность тока в два-три раза по сравнению с заданной
		Плохой контакт, неудачная конструкция подвески	Улучшить контакт, изменить конструкцию подвески

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
		Избыток серной кислоты в электролите	Избыток кислоты осадить углекислым барием или гидроокисью бария из расчета 2 г на 1 г кислоты
		Наличие газовых мешков	Завешивать детали в электролите так, чтобы пузырьки водорода свободно удалялись
	Отслаивание покрытия	Несоответствие температуры и плотности тока	Установить правильное соотношение температуры и плотности тока
		Загрузка деталей под током без предварительного прогрева в электролите	Предварительно прогревать детали в электролите без тока
		Резкое увеличение плотности тока или понижение температуры	Понизить плотность тока, повысить температуру
		Некачественный никелевый подслой	Улучшить подготовку деталей перед никелированием
	Отслаивание покрытия на выпуклых частях деталей	Высокая плотность тока на углах и краях деталей	Применить защитные катоды и профильные аноды
	Темные полосы и точки на хромированной поверхности	Поры и раковины в металле	Улучшить полирование и шлифование деталей
		Недостаток серной кислоты в электролите	Добавить серную кислоту
		Пузырьки водорода задерживаются на поверхности деталей	Периодически встряхивать детали
		Недостаток сернокислого стронция в саморегулирующемся электролите	Добавить 1-2 г/л сернокислого стронция при перемешивании
		Высокая концентрация трехвалентного хрома	Проработать электролит, увеличить поверхность анодов
Хромовое (состав II)	Высокая пористость покрытия, появление матовых слоев, растворение основного металла	Высокое содержание хлоридов	Добавить окись серебра (0,326 г/л окиси серебра снижает концентрацию хлоридов на 0,1 г/л)
	Покрытие серое, покрытие не осаждается	Высокое содержание нитратов	Проработать электролит при плотности тока 0,2-0,3 А/дм^2 и соотношении площадей анода и катода 4:1
	Снижение выхода по току, ухудшение качества	Высокое содержание фосфатов	Проработать электролит при плотности тока 0,2-0,3 А/дм^2 и соотношении площадей анода и катода 4:1

Хромовое (состав IУ)	Дендриты	Присутствие механических примесей, недостаток серной кислоты	Декантировать электролит. Добавить серную кислоту
	Уменьшение кроющей способности	Низкое содержание кадмия, присутствие железа свыше 5 г/л	Добавить кадмий, проработать электролит
	Растравливание поверхности	Высокое содержание серной кислоты, кремнефтористого натрия, недостаток двухромовокислого натрия	Нейтрализовать избыток кислоты и кремнефтористого натрия добавлением углекислого бария. Добавить двухромовокислый натрий
Оловянное (электролит щелочной, состав I)	Покрытие темное, губчатое, рыхлое	Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
		Большое содержание щелочи в электролите	Разбавить электролит водой
		Присутствие в электролите более 1-2 г/л двухвалентного олова	Пассивировать аноды. Добавить 1-2 мл/л 10 процентного раствора перекиси водорода
	Потемнение анода	Высокая анодная плотность тока	Увеличить площадь анодов
	Помутнение раствора, выпадение осадка, белый налет на анодах	Недостаток щелочи в электролите	Добавить едкий натр
	Низкий выход по току, бурное газовыделение на катоде	Избыток щеночи и недостаток солей олова в электролите	Добавить станнат натрия
	Плохая паяемость покрытия непосредственно после нанесения	Присутствие более 0,1 г/л примеси меди в электролите	Проработать электролит при плотности тока 3-4 А/дм^2 и напряжении 1-1,5 В или добавить порошкообразное олово, после чего электролит отфильтровать
Оловянное (электролит кислый, состав Ш)	Темное покрытие, плохая его паяемость непосредственно после нанесения	Присутствие более 0,1 г/л примеси меди в электролите	Проработать электролит при плотности тока 0,2-0,5 А/дм^2 или добавить порошкообразное олово, после чего электролит отфильтровать
	Грубокристаллическая структура покрытия, образование дендритов	Недостаток синтанола ДС-10	Добавить синтанол ДС-10 (30-50 % от рецептурного состава)
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
		Недостаток солей олова	Добавить олово
	Появление нерастворимого осадка в электролите	Недостаток серной кислоты	Добавить серную кислоту

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Оловянное (электролит хлоридно-фторидный, состав II)	Неоднородная структура покрытия	Расслоение электролита	Перемешать электролит
	Покрытие шероховатое	Присутствие механических примесей	Отфильтровать электролит, удалить шлам со дна ванны
	Покрытие темное, крупнокристаллическое	Повышенная плотность тока	Понизить плотность тока
		Недостаток поверхностно-активного вещества ОС-20	Добавить поверхностно-активное вещество из расчета 30-50 % от рецептурного состава
	Непрокрытие сложнопрофилированных деталей	Низкая величина pH, недостаток двухлористого олова и фтористого натрия	Откорректировать состав электролита
	"Подгар" на краях деталей, понижена скорость осаждения покрытия	Высокое значение pH	Добавить соляную кислоту до величины pH 4-3,5
		Высокая плотность катодного тока	Снизить катодную плотность тока
Оловянное (электролит кислый, состав V)	Отслаивание покрытия, пузыри	Некачественная подготовка поверхности	Откорректировать электролиты обезжиривания и активирования
	Слабый блеск покрытия, появление матовости	Плохой контакт	Улучшить контакт
		Недостаток блескообразователя	Добавить блескообразователь
	Неравномерное нанесение покрытия на детали, непрокрытие в углублениях, появление черных точек	Низкая плотность тока	Повысить плотность тока
		Высокая концентрация блескообразователя	Разбавить электролит
	Покрытие шероховатое	Присутствие в электролите взвешенных частиц	Отфильтровать электролит
Оловянное (электролит пирофосфатный, состав 1V)	Матовое покрытие в области режима электроосаждения полублестящих и блестящих покрытий (при температуре 20-35 °С и катодной плотности тока 1,5-4,5 А/дм^2)	Пониженная концентрация поверхностно-активных добавок	Добавить в электролит 1,0-2,0 г/л гидролизованного клея и 0,5 г/л ацилированных производных полиглицеридов алкенилянтарных кислот или 1-2,5 мл/л вторичных алкилсульфатов "Пр[illegible]"

	Темно-серое покрытие, после приготовления электролита	Недостаточная катодная плотность тока (ниже 0,5-0,7 А/дм^2)	Проработать электролит, повысить катодную плотность тока
	после длительной работы электролита	Пониженная концентрация двухвалентного олова в электролите, пониженная концентрация поверхностно-активных веществ, присутствие ионов железа, меди, никеля	Повысить концентрацию олова в электролите, добавить поверхностно-активные добавки, проработать электролит
	Питтинг: после приготовления или корректирования электролита	Некачественный клей, недостаточный гидролиз клея или желатины	Добавить в электролит 1-2 мл/л "Прогресса", повысить величину pH до 7,8-8,0
	после длительной работы электролита		
Оловянное (пирофосфатный электролит, состав III)	Появление "точек" величиной, равной отверстиям стенок барабана, при электроосаждении покрытий в барабанных ваннах	Замедленное вращение барабана Низкая концентрация олова в электролите	Повысить скорость вращения барабана Добавить олово
	Неравномерный блеск покрытия	Низкая концентрация поверхностно-активных веществ. Низкая величина pH электролита (ниже pH 7,0)	При продолжительном электроосаждении покрытий с неравномерным блеском откорректировать электролит по поверхностно-активным добавкам. Повысить величину pH до 7,1-7,2
	Темное покрытие, пассивирование анодов	Присутствие анодного шлама, недостаточная концентрация пирофосфата калия и солянокислого гидразина	Добавить пирофосфат калия и солянокислый гидразин
Из сплава олово-висмут (электролит для нанесения матовых покрытий, состав I)	Шероховатое покрытие	Высокая плотность тока Присутствие механических примесей	Снизить плотность тока Отфильтровать электролит
	Темно-серое покрытие	Присутствие меди в электролите	Проработать электролит при плотности тока 0,2-0,5 А/дм^2
		Высокое содержание висмута	Прорабатывать электролит до

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
			получения светлых осадков. В дальнейшем корректировку производить солью висмута, вводя одновременно не более 0,1-0,2 г/л
	Низкое содержание висмута в покрытии	Низкое содержение висмута в электролите	Добавить хлорокись висмута
	Пятнистое покрытие	Некачественная промывка деталей	Тщательно промывать детали
	Появление в электролите черной взвеси	Низкое содержание хлористого натрия в электролите	Добавить хлористый натрий
	Плохая паяемость покрытия непосредственно после нанесения	Наличие в электролите примеси меди более 0,1 г/л	Проработать электролит при плотности тока 0,1-0,5 А/дм^2
Из сплава олово-висмут (электролит для нанесения матовых покрытий, состав II)	Темно-серое покрытие	Недостаточное содержание продукта ДДДМ в электролите	Добавить продукт ДДДМ
		Присутствие металлических примесей	Проработать электролит при плотности тока 0,1-0,3 А/дм^2
	Покрытие крупнокристаллическое	Недостаточное содержание препарата ОС-20	Добавить препарат ОС-20
Из сплава олово-висмут (электролит для нанесения блестящих покрытий, состав III)	Шероховатое покрытие	Присутствие механических примесей	Отфильтровать электролит через ткань "Хлорин"
	Темное, матовое покрытие	Присутствие металлических примесей	Проработать электролит при плотности тока 0,1-0,3 А/дм^2
	Светлое матовое покрытие	Недостаточная концентрация блескообразователя в электролите	Добавить ацетилацетон и формалин
	Блестящее, темное, хрупкое покрытие	Высокая концентрация блескообразователя	Добавить синтанол ДС-10 и прорабатывать электролит до получения светлого накопления или дорода (30-процентный раствор),

			[illegible] (30-процентный раствор), перемешать, оставить на 1 ч, отфильтровать через активированный уголь
	Неравномерное покрытие	Низкая концентрация формалина	Добавить в электролит 0,5-0,6 мл/л формалина
	Непрокрытые участки	Низкое содержание синтанола	Ввести в электролит синтанол ДС-10
	Питтинг	Высокен плотность	Понизить катодную плотность тока
Сплав олово-висмут (электролит для нанесения блестящих покрытий, состав IУ)	Шероховатое покрытие	Присутствие механических примесей	Отфильтровать электролит
	Темное полублестящее или матовое покрытие	Присутствие меди	Проработать электролит при плотности тока 0,1-0,2 А/дм^2 с гофрированными катодами
	Темное, матовое покрытие	Присутствие хлоридов	Обработать электролит сульфатом серебра и отфильтровать
	Неравномерное по толщине и блеску покрытие или на отдельных участках отсутствует	Недостаточное содержание синтанола ДС-10 в электролите	Увеличить содержание синтанола ДС-10
	На отдельных участках (особенно в углублениях) осеждается матовое покрытие	Недостаточное содержание блескообразователя	Увеличить содержание блескообразователя
	Полублестящее покрытие	Высокое содержание синтанола в электролите	Увеличить содержание блескообразователя
		Низкое содержание блескообразователя	Увеличить содержание блескообразователя
		Высокая температура электролита	Снизить температуру
		Высокая концентрация висмута	Проработать электролит
		Недостаточное перемешивание	Увеличить интенсивность перемешивания
	Блестящее, темное, хрупкое покрытие	Высокое содержание блескообразователя или присутствие органических добавок	Проработать электролит или обработать электролит активированным углем
	Поверхность анодов покрывается темной пленкой	Высокая плотность анодного тока	Увеличить площадь анодов и уменьшить загрузку ванны

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
	Темное, пятнистое покрытие	Низкая концентрация формалина в электролите	Добавить формалин
Из сплава олово-свинец (состав I)	Наросты на острых краях деталей	Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Крупнокристаллическая структура покрытия	Низкое содержание борфтористоводородной кислоты	Добавить борфтористоводородную кислоту
		Недостаток клея в электролите	Добавить 1-2 г/л клея
	Полосы на покрытии	Избыток клея в электролите	Отфильтровать осадок. Разбавить электролит водой и откорректировать по результатам анализа
	Избыточное количество свинца в покрытии	Избыток свинца в электролите	Добавить серную кислоту
		Состав электролита в норме (по свинцу), но количество клея недостаточно	Добавить 1-2 г/л клея
		Недостаточное количество олова	Ввести недостающее количество олова либо проработкой электролита с добавочными оловянными анодами, либо в часть электролита ввести углекислую медь и затем вытеснить ее из раствора оловом, вводя его в виде гранул или стружки
	Обеднение электролита оловом и свинцом	Низкая растворимость анодов вследствие образования на них пассивной пленки	Зачистить аноды крацовочной щеткой, зачистку производить периодически через 1,5-2 ч работы. Увеличить анодную поверхность. Отношение площадей анодов и катодов должно быть не менее 1:1
	Плохая паяемость покрытия непосредственно после нанесения покрытия	Присутствие более 0,1 г/л примеси меди	Проработать электролит при плотности тока 3-4 А/дм^2 и напряжении 1-1,5 В
Из сплава оло-	Темное, пятнистое	Низкая концентрация добавок	Ввести добавки ДС-10 и

		Недостаточная концентрация олова	Добавить олово
	Наросты на краях деталей	Высокая плотность тока	Снизить плотность тока
	Крупнокристаллическая рыхлая структура покрытия	Низкая концентрация добавки ДС-10	Ввести 3 мл/л добавки ДС-10
	Избыточное количество свинца в покрытии	Избыток свинца в электролите	Разбавить электролит водой
		Недостаточное количество олова в электролите	Добавить олово
	Помутнение электролита, темные, рыхлые осадки	Образование четырехвалентного олова	Добавить кислоту до величины pH 0,7-0,9. Увеличить площадь анодов. Отфильтровать электролит и ввести олово до концентрации 30 г/л
Из сплава медь-цинк (электролит цианистый, состав I)	Покрытие красного цвета	Низкая плотность тока	Повысить плотность тока
		Высокая температура электролита	Снизить температуру до заданной
		Низкое содержание свободного цианистого натрия	Добавить 8-12 г/л цианистого натрия
		Низкая концентрация цинка в электролите	Добавить соль цинка
	Покрытие светло-желтого цвета	Высокая катодная плотность тока	Снизить плотность тока
		Низкая температура электролита	Повысить температуру
		Высокое содержание свободного цианистого натрия. Низкая концентрация меди	Добавить аммиак из расчета 1 г/л
	Вздутие и отслаивание покрытия	Большой избыток свободного цианистого натрия в электролите	Откорректировать электролит
		Высокая плотность тока	Уменьшить плотность тока
		Некачественная подготовка деталей	Улучшить качество подготовки
	Аноды пассивируются, покрываются плотным нерастворяющимся в электролите налетом	Высокая анодная плотность тока	Увеличить поверхность анодов. Зачистить аноды
		Низкое содержание свободного цианистого натрия в электролите	Добавить цианистый натрий

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Из сплава медь-цинк (электролиты пирофосфатные, состав II)	Пассивирование анодов (налет зеленого цвета)	Высокая плотность тока Низкая концентрация пирофосфата калия	Снизить плотность тока Добавить пирофосфат калия
	Осадки красного цвета или ослабление окраски покрытия	Низкая плотность тока, низкая величина pH электролита, высокое содержание меди в растворе	Откорректировать плотность тока и величину pH, снизить содержание меди в растворе
	Разнотонное покрытие	Плохие контакты	Проверить и зачистить контакты
	Хрупкое покрытие	Недостаточное содержание пирофосфета калия в электролите	Откорректировать электролит
Серебряное и сплав серебро-сурьма	Покрытие осаждается грубыми кристаллами или в виде губчатого, рыхлого оседка	Высокая плотность тока или низкая концентрация серебра, или низкая концентрация цианида	Понизить плотность тока, откорректировать электролит на содержание серебра, или добавить цианид, или проработать электролит с нерастворимыми анодами
	Темное, пятнистое покрытие	Присутствие взвешенных частиц, недостаток свободного цианида	Отфильтровать электролит, добавить цианистый калий, аноды поместить в чехлы из хлопчатобумажной ткани
	Шелушение и отслаивание покрытия	Некачественная подготовка поверхности	Улучшить подготовку
	Покрытие желтого цвета, шероховатое	Присутствие примеси железа в электролите	Добавить 20-25 мл/л аммиака, выпавший осадок отфильтровать
	Аноды покрываются темным налетом, образуется шлам	Высокая анодная плотность тока, недостаток свободного цианида или роданистого калия	Снизить анодную плотность тока, откорректировать электролит на содержание цианистого калия или роданистого калия
	Матовое покрытие (электролит блестящего серебрения)	Низкая плотность тока, высокая температура электролита, недостаток блескообразователя	Откорректировать режим нанесения покрытия, охладить электролит, уменьшить площадь загрузки, добавить блескообразователь
	Покрытие имеет желтоватый оттенок (электролит блестя-	Присутствие взвешенных частиц	Отфильтровать электролит, обработать детали в растворе

			30 г/л серной кислоты 3-5 г/л вещества ОС-20 Обработать электролит, вводя 1-2 мл/л перекиси водорода, и отфильтровать через активированный уголь. Добавить 2-5 мл/л аммиака и 0,3-0,5 г/л сернокислого натрия
	Питтинг, покрытие имеет желтоватый оттенок	Присутствие органических примесей	Избыток углекислого калия осадить, добавляя нитраты, хлориды или гидроокиси бария или кальция. Осадок отфильтровать. Возможно разложение углекислого калия ионообменными смолами
	Шероховатое покрытие или снижена скорость осаждения покрытия при хорошем его качестве	Высокое содержание углекислого калия	Добавить сурьму
	Низкая твердость покрытия из сплава серебро-сурьма	Пониженная концентрация сурьмы в электролите	Добавить блескообразователь
	Отсутствие блеска или недостаточный блеск покрытий (электролиты с блескообразующими добавками)	Недостаточное содержание блескообразователей	Увеличить площадь анодов
	Пассивирование анодов	Высокая анодная плотность тока	Снизить плотность тока
Золотое	Темное, рыхлое покрытие	Высокая плотность тока	Проработать электролит
	Покрытие имеет красноватый оттенок	Примеси солей меди	Проработать электролит
	Покрытие имеет беловатый или зеленоватый оттенок	Примеси серебряных солей	Повысить плотность тока Добавить золото
	Ослаблена окраска покрытия	Низкая плотность тока Низкая концентрация золота Низкая температура электролита Мала площадь анодов	Повысить температуру Увеличить площадь анодов
	Низкая скорость осаждения золота	Недостаточная концентрация свободного цианистого калия в электролите	Добавить цианистый калий
	Пассивирование анодов, снижение концентрации золота в электролите	Изменение величины pH	Довести величину pH до нормы
	Темное покрытие	Низкая температура электролита	Повысить температуру

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Палладиевое	Хрупкое покрытие, шелушение и отслаивание покрытия	Присутствие примесей меди или железа	Произвести регенерацию электролита
		Плохая подготовка поверхности деталей	Улучшить подготовку деталей
		Присутствие органических примесей.	Отфильтровать электролит через активированный уголь
		Присутствие ионов хлора свыше 150 г/л	
	Темное покрытие со светлыми пятнами или полосами	Недостаточно расстояние между электродами и деталями	Увеличить расстояние между электродами и деталями
	На анодах желтая соль диаминохлорида палладия	Недостаток аммиака, большая анодная плотность тока	Добавить аммиак, увеличить площадь анодов
	Раствор окрашен в синевато-зеленый цвет	Присутствие примеси меди	Произвести регенерацию электролита
	На покрытии кристаллическая сетка	Большая объемная плотность тока	Уменьшить площадь загрузки
	Покрытие неравномерное с матовым налетом	Перетравливание поверхности	Травить с периодическим смыванием водой
	На покрытии толщиной более 10 мкм трещины, питтинг	Низкое содержание сульфаминовой кислоты и хлористого аммония	Добавить сульфаминовую кислоту и хлористый аммоний
Из сплава палладий-никель	Матовое покрытие	Низкое содержание палладия, низкая величина pH, низкая плотность тока	Добавить палладий, откорректировать величину pH, повысить плотность тока
	Покрытие с наплывами	Высокая концентрация аммиака	Подогреть электролит до температуры 60 °С для удаления избытка аммиака
	Шероховатое покрытие, темно-серое, дендриты	Высокая плотность тока, недостаточные расстояния между электродами	Снизить плотность тока. Увеличить расстояния между электродами
	Хрупкое покрытие, шелушится и отслаивается	Накачественная подготовка деталей, присутствие органических примесей, примесей меди, железа	Улучшить подготовку деталей. Очистить электролит от примесей. Произвести регенерацию электролита
Родиевое	Низкая скорость осажде-	Истощение электролита родием	Добавить родий

сернокислый, состав I)	Растрескивание, шелушение, отслаивание покрытия, скалывание отдельных участков родневого покрытия	Некачественная подготовка поверхности Присутствие органических примесей Перетравливание поверхности в процессе подготовки	Улучшить подготовку поверхности Прокипятить электролит с перекисью водорода, отфильтровать Проверить действие травильного раствора на поверхность покрываемых деталей, при необходимости заменить его новым раствором
	Шероховатое покрытие	Присутствие механических примесей, повышена плотность тока	Отфильтровать электролит, прокипятить, снизить плотность тока
Родиевое (аминохлоридный электролит, состав II)	Низкая скорость осаждения покрытия или его неравномерность	Низкое содержание родия, высокая кислотность	Добавить родий, откорректировать величину pH
	Белые налеты или полосы на покрытии	Низкая катодная плотность тока или высокая температура электролита	Повысить катодную плотность тока, понизить температуру электролита
	Питтинг, шелушение покрытия, коричневый осадок на дне ванны	Присутствие механических примесей и солей железа	Отфильтровать электролит, ввести непрерывную фильтрацию электролита
	Изменение цвета электролита, питтинг, шелушение покрытия	Присутствие примесей меди, никеля или органических веществ	Проработать электролит при плотности тока 0,15-0,20 А/дм^2, отфильтровать
	Желто-коричневый осадок на дне ванны, на деталях и анодах	Высокое содержание родия или низкая температура электролита	Разбавить электролит водой до требуемой концентрации. Повысить температуру электролита
Серебряное (наносимое химическим способом)	На покрытии черные пятна, "пригар"	Соприкосновение детали с алюминиевой пластиной в растворе	Контакт детали с алюминиевой пластиной осуществлять вне рабочего раствора
	Коричневатый оттенок покрытия	Понижение величины pH до 5	Откорректировать величину pH добавлением 10-процентного раствора едкого калия
Оксидное на стали	Оксидная пленка не образуется	Разбавление раствора водой Очень высокая концентрация компонентов в растворе	Выпарить раствор Разбавить раствор водой
	Появление белого налета при хранении	Недостаточная промывка деталей после оксидирования	Удалить белый налет тщательной промывкой

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
	Ослабление окраски пленки или неоднотонность цвета	Недостаточная продолжительность оксидирования	Увеличить время оксидирования
	Красноватый налет после оксидирования	Высокая концентрация едкого натра	Разбавить раствор
		Низкая концентрация окислителей (селитры или нитрата натрия)	Добавить селитру или нитрат
		Высокое содержание гидратов окиси железа	Удалить осадок гидрата окиси железа
	Зеленоватый или черный стирающийся налет	Высокая температура раствора	Понизить температуру, тщательно промыть детали
Окисно-фосфатное на стали	Зеленоватый, желто-белый или черный стирающийся налет	Недостаток окислительных солей Высокая температура раствора	Добавить окислительные соли Понизить температуру, тщательно промыть детали
Окисное на меди и ее сплавах	Оксидная пленка красного или коричневого цвета	Недостаток окислителей Низкая плотность тока Плохой контакт изделий с подвеской	Добавить окислители Повысить плотность тока Улучшить контакт
	Растравливание поверхности деталей	Высокая плотность тока на деталях	Снизить плотность тока
	Оксидная пленка рыхлая, слабое сцепление пленки с основным металлом	Высокая концентрация щелочи в растворе	Понизить концентрацию щелочи
	Образование пятен и подтеков на оксидированной поверхности	Некачественная подготовка деталей перед оксидированием	Улучшить подготовку
	Обрезовение гидрета окиси меди на поверхности деталей	Низкая температура раствора	Повысить температуру
Окисные химические и анодно-окисные на магнии и его сплавах	Черные пятна на механически обработанных поверхностях (составы II, III)	Сильный разогрев деталей в процессе механической обработки	Изменить режим резания
	Коричневая сползающая пленка (состав I)	"Истощание" раствора	Откорректировать раствор
	Появление желто-зеленых [illegible]	Избыток квасцов	Довести концентрацию квас- [illegible]
	Сползание окисной пленки	Высокая температура сушки	Соблюдать температуру

[illegible] и кромкам около торцов при химическом оксидировании	[illegible] оксидной [illegible] °С)	[illegible] сушки
	Работа на верхнем пределе температуры ванны оксидирования и верхнем пределе продолжительности оксидирования в свежеприготовленном растворе	Регулировать режим оксидирования в зависимости от степени истощения ванны
	Некачественная подготовка поверхности перед оксидированием (например, плохое обезжиривание)	Улучшить подготовку поверхности
Серые пятна	Медленное охлаждение детали после гомогенизации	Серые пятна перед нанесением лакокрасочного покрытия протирать ветошью, смоченной бензином, до полного удаления порошкообразного налета
"Язвины" при анодировании	Низкая концентрация бифторида аммония	Довести концентрацию бифторида аммония до нормы
Мелкие черные точки при наполнении в растворе хромпика	Содержание ионов хлора в растворе более 0,8 г/л	Заменить раствор
Налет солей на поверхности деталей	Некачественная промывка деталей	Тщательно промыть и протереть детали
Бледный цвет пленки с желтоватым оттенком при анодировании	Низкое содержание фтористого кислого аммония в электролите	Добавить фтористый кислый аммоний. Детали анодироветь повторно без снятия пленки
Растравливание поверхности при анодировании	Плохой контакт	Улучшить контакт
	Низкое содержание фтористого кислого аммония	Добавить фтористый кислый аммоний
	Избыток фосфорной кислоты	Откорректировать электролит
	Присутствие большого количества примесей, резко повышающих электропроводность электролита	Заменить электролит
Отдельные местные просветления пленки. Раковины, вскрывшиеся после анодирования	Металлургические дефекты в сплаве, из которого изготовлена деталь	Детали подлежат замене

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Фосфатное на стали и деталях с цинковым и кадмиевым покрытием	Покрытие крупнокристаллической структуры	Травление деталей перед фосфатированием без последующей нейтрализации в содовом растворе	Удалить фосфатное покрытие и повторить фосфатирование. Усилить контроль операции нейтрализации
	Светло-серый налет на пленке	Кипение раствора во время фосфатирования	Поддерживать температуру в пределах, указанных в режиме процесса
		Добавление фосфатирующего раствора во время процесса фосфатирования	В процессе фосфатирования новую порцию раствора не добавлять
	Пленка очень тонкая, со слабыми защитными свойствами и низким пробивным напряжением	Низкое содержание препарата "Мажеф" и других компонентов в фосфатирующих растворах	Добавить препарат "Мажеф" и другие компоненты, входящие в раствор, до количества, указанного в рецептурных данных
		Неправильное соотношение в растворе между свободной и общей кислотностями	Избыточное содержание свободной кислоты нейтрализовать добавлением расчетного количества углекислого марганца, при недостаточном содержании кислоты добавить фосфорную кислоту
		Недостаточное время фосфатирования	Увеличить время выдержки
Анодно-окисное эматалевое (электролит щавелево-кислый)	Растравливание эматалевой пленки	Высокое содержание ионов хлорида в воде	Электролит эматалирования готовить на дистиллированной воде или конденсате
	Эматалевая пленка не образуется, ток растет	Электрохимической обработке наряду с алюминием подвергается другой металл (сталь, латунь)	Не допускать к эматалированию изделия, содержащие детали, выполненные из других металлов, если не обеспечена их герметизация
	Прозрачная пленка	Низкая кислотность раствора	Откорректировать состав электролита до получения pH 2–3
		Высокое содержание легирую-	Проверить марку эматалиру-

	Пленка без блеска, мажущая	Электролит недостаточно проработан Перегрев электролита	Проработать электролит Поддерживать температуру на заданном уровне
	Пленка коричневого цвета	Низкое содержание солей титана	Добавить соли титана
	Осаждение шлама на деталях, вызывающее пятнистость эматаль-пленки	Накопление шлама	Отфильтровать электролит
	На отдельных участках пленка не образуется Зеленоватый оттенок эматаль-пленки	Некачественная химическая подготовка Применение при полировании паст, содержащих хромовые соединения	Улучшить качество подготовки Исключить использование полировочных паст, содержащих хромовые соединения
	Темные полосы, расположенные в определенном направлении	Дефект проката металла	Заменить материал детали
	Пленка не образуется, напряжение не повышается выше 80 В	Нарушен контакт детали с подвеской и штангой. Несоответствие соотношения катодной и анодной поверхности	Улучшить контакт. Проверить состояние подвесок. Добавить катоды
Анодно-окисное (электролит хромово-борный)	Пленка полупрозрачная без выраженного эматалевого эффекта	Присутствие в электролите серной кислоты	Для приготовления электролита использовать хромовый ангидрид с содержанием сульфат-ионов не более 0,14–0,16 %
		Низкая концентрация хромового ангидрида Накопление трехвалентного хрома более 6–7 г/л	Произвести анализ и откорректировать электролит Произвести анодное окисление трехвалентного хрома в шестивалентный (анод – свинцовый, катод – стальной, плотность тока анода – 0,25 А/дм^2, катода – 10 А/дм^2) или сменить электролит
		Высокое содержание легирующих элементов в алюминии	Проверить марку эматалируемого металла. Допустимое содержание легирующих добавок в процентах (меди – до 2, цинка – 8, магния – 8, марганца – 1, железа – 1, никеля – 1)

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
	Растравливание эматалевой пленки	Низкое содержание хромового ангидрида	Добавить хромовый ангидрид
		Неравномерное распределение меди в алюминиевом сплаве или повышенное ее содержание	Заменить материал деталей
		Присутствие в сплаве посторонних металлов	
		Высокая температура электролита эматалирования	Понизить температуру электролита, соблюдать температурный режим
	Полупрозрачная пленка недостаточной толщины	Плохой контакт детали с подвеской, низкая плотность тока или недостаточное напряжение	Обеспечить надежный контакт, повысить напряжение и проверить температуру электролита
	Неравномерная собственная окраска эматалевой пленки на изделии	Различная механическая подготовка деталей перед эматалированием. Изделие изготовлено из различных алюминиевых сплавов	Изделие изготовлять из сплавов одной марки, в противном случае изделие окрашивать адсорбционным способом в темный цвет
	Отсутствие эматаль-пленки на отдельных участках деталей с глубокими полостями	Образование газовых мешков в результате неправильного подвешивания деталей	Изменить конструкцию подвески, улучшить перемешивание электролита
	Полосы определенного направления	Неправильный режим прокатки	Заменить материал
	Обесцвечивание окрашенной пленки при уплотнении	Кислая или щелочная реакция раствора, применяемого для уплотнения	Сменить раствор для уплотнения пленки
Анодно-окисное (электролит серно-кислый)	Оксидная пленка рыхлая или мажущая	Высокая температура электролита, возможные местные перегревы	Снизить температуру электролита, обеспечить перемешивание
	Пережог металла (цвета побежалости, пятна и иногда сквозные отверстия)	Плохой контакт деталей с подвесным приспособлением	Улучшить контакт
		Короткое замыкание между деталью и катодом	Устранить замыкание
		Соприкосновение деталей	Увеличить расстояние между деталями
		Наличие на детали острых кро-	Удалить острые кромки и [illegible]

Непрокрытие, [illegible] защитной способности пленки	[illegible] контакт [illegible] весками и деталями, отклонение состава электролита от нормы	[illegible] тировать электролит
	Низкая плотность тока, малое время оксидирования	Соблюдать режим оксидиро- [illegible]
Черные пятна с разрушением металла	Высокое содержание хлоридов	Проработать или заменить электролит
Серый порошкообразный налет	Оксидировался металл, покрытый продуктами коррозии	Удалить продукты коррозии
Радужные пятна, тонкая пленка	Плохой контакт деталей с подвесным приспособлением	Улучшить контакт, очистить штангу и приспособление от окислов
Растравливание оксидной пленки	Высокая температура электролита	Снизить температуру электролита, обеспечить перемешивание
	Длительное время оксидирования	Уменьшить продолжительность оксидирования
	Высокая концентрация серной кислоты	Откорректировать электролит
	Неоднородность метериала приспособлений и деталей	Приспособление для анодирования изготавливать из того же материала, что и детали
	Присутствие меди в электролите при оксидировании переменным током	Проработать электролит постоянным током, осадив медь на катоде
Зеленоватый оттенок оксидной пленки	Присутствие меди в электролите при оксидировании переменным током	Проработать электролит постоянным током, осадив медь на катоде
Интенсивное растворение подвесного приспособления	Недостаточное сечение подвесного приспособления	Правильно рассчитать сечение подвесного приспособления
Рыхлая пленка, сползающая после окрашивания	Содержание алюминия в электролите более 30 г/л	Удалить алюминий или сменить электролит
Серые полосы на пленке при оксидировании переменным током в свежеприготовленном электролите	Присутствие примесей металлов	Проработать электролит постоянным током или заменить его
Прекращение повышения напряжения при твердом оксидировании	Местный нагрев планки, начало ее растворения	Прекратить нагрев
	Недостаточное охлаждение электролита	Охладить электролит до нужной температуры

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
Окисное (сатинирование)	Недостаточный блеск	Низкая температура раствора Низкая концентрация основных компонентов	Повысить температуру
	Растравливание поверхности алюминия	Высокая температура раствора	Снизить температуру
		Большой перерыв во времени между операциями промывки и сатинирования	Свести до минимума время нахождения деталей на воздухе между операциями сатинирования и промывки
Анодно-окисное (электролит хромовокислый)	Тонкая оксидная пленка с радужной окраской	Высокая величина pH	Откорректировать величину pH
		Температура электролита не соответствует оптимальным значениям	Установить температуру электролита в соответствии с режимом оксидирования
	Растравливание металла, желтые или темные пятна	Низкая концентрация хромового ангидрида в растворе	Откорректировать электролит
		Особенности структуры металла, дефекты прокатки	Не допускать к оксидированию детали, имеющие на поверхности включения других металлов
		Остатки флюса после сварки	Удалить остатки флюса, произвести дополнительную очистку
	Прожоги или растравливание металла	Плохой контакт деталей с подвесками	Улучшить контакт
		Повышение напряжения	Устранить соприкосновение деталей друг с другом и с катодом
		Соприкосновение деталей друг с другом или с катодом	
	Оксидная пленка серая, рыхлая	Перегрев электролита	Понизить температуру электролита и обеспечить ее стабильность
Химическое окисное (алюминия и его сплавов)	Образование рыхлой оксидной пленки	Некачественное обезжиривание перед нанесением покрытия	Улучшить качество обезжиривания
		Высокая концентрация на растворе	Снизить концентрацию

его сплавов)		Высокая концентрация раство-	Снизить концентрацию
		Высокая температура [illegible] ра для оксидирования	[illegible]
		Длительная обработка в растворе для оксидирования	Уменьшить время обработки
		Сушка пленки при температуре выше 60 °С	Производить сушку при температуре не выше 60 °С
		Промывка изделий в загрязненной воде	Сменить загрязненную воду
	Пленка тонкая слабо-зеленого или слабо-желтого цвета	Недостаточное количество фтористого натрия в растворе	Добавить 1,0 г/л фтористого натрия
		Недостаточное время обработки изделия в растворе	Увеличить время обработки
		Низкое содержание компонентов, входящих в состав раствора оксидирования	Откорректировать раствор или составить новый
Электрохимическое полирование стали и цветных металлов (электролит состава I)	Точечное травление поверхности	Присутствие взвешенных частиц хромового ангидрида	Прогревать электролит при температуре 90-100 °С до полного растворения хромового ангидрида
		Низкая плотность электролита	Выпаривать электролит до требуемой плотности
	Отсутствие блеска, желтоватые пятна	Низкая плотность электролита	Выпарить электролит до требуемой плотности
	Коричневая пленка на поверхности	Высокая плотность электролита	Разбавить электролит до плотности 1,74 г/см и прогревать при температуре 40 °С в течение 2 ч
	Матовость с синеватым оттенком, заметная после протирки поверхности деталей	Электролит не проработан или не прогрет	Прогреть электролит при температуре (105±5) °С в течение 1 ч или проработать при плотности тока 40 А/дм^2 из расчета 5-10 А·ч/л
		Низкая температура электролита	Повысить температуру электролита до 70-80 °С
	Матовые участки поверхности деталей, отсутствие блеска, беловатые пятна	Местный нагрев электролита	Снизить температуру электролита до 70-80 °С
		Плохой контакт деталей с подвесками	Улучшить контакт
		Высокое содержание трехвалентного хрома в электролите	Окислить трехвалентный хром проработкой под током

Продолжение

Вид покрытия и тип электролита	Характер неполадок	Возможные причины	Способы устранения
		Высокая плотность электролита	Разбавить электролит до требуемой плотности и прогревать при температуре 80-90 °С в течение 2-3 ч
		Низкое содержание серной кислоты в электролите	Добавить серную кислоту
		Высокая плотность тока	Снизить плотность тока до 20 А/дм^2
	Растравленные полосы на поверхности деталей	Низкая плотность электролита	Упарить электролит до требуемой плотности
		Следы от выделяющихся пузырьков кислорода	Встряхивать детали при полировании
		Накопление в электролите трехвалентного хрома выше 35-40 г/л	Заменить часть электролита
Электрохимическое полирование деталей из меди и ее сплавов (электролит, состав II)	Точечное травление, питтинг на различных участках поверхности деталей	Недостаточное количество бутилового спирта	Добавить 2-5 мл/л бутилового спирта
	Точечное травление на плоских участках поверхности деталей	Низкая плотность тока	Повысить анодную плотность тока до 35-50 А/дм^2
		Недостаточная проработка электролита	Проработать электролит с медным анодом 2-3 А·ч/л
	Матовая поверхность деталей	Низкая концентреция добавки ПАВ	Добавить ПАВ
	Неравномерный блеск	Плохой контакт деталей с подвесным приспособлением	Улучшить контакт
		Экранирование одних деталей другими	Изменить положение деталей в ванне

ПРИЛОЖЕНИЕ за
равочное

ХИМИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СПОСОБЫ УДАЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Вид покрытия	Материал основы	Состав раствора	Содержание компонентов, г/л	Режим работы		Дополнительные указания
				Температура, °С	Плотность тока, А/дм^2	
Цинковое	Сталь	Кислота серная	От 50 до 100	От 15 до 25	-	Допускаатся замена серной кислоты соляной кислотой в том же количестве
		Катапин К-И-1	От 3 до 5			
Кадмиевое	Сталь Медь и ее сплавы	Состав I Аммоний азотнокислый	От 450 до 550	От 15 до 25	-	Удалять в одном из указанных составов
		Состав II Аммоний азотнокислый	От 100 до 150	От 15 до 25		
		Кислота соляная	От 10 до 12			
Медное	Сталь	Ангидрид хромовый	От 250 до 300	От 15 до 25	От 5 до 10	Катод из нержавеющей стали марки 12Х18Н9Т. Допускается производить удаление химическим способом
		Аммоний сернокислый	От 100 до 120			
Никелевое (в том числе наносимое химическим способом)	Сталь Сталь с медным покрытием	Состав I Кислота серная (плотность 1,84 г/см^3) Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3) Железо сернокислое закисное	1 объемная часть 2 объемные части От 10 до 20	От 15 до 25		Удалять в одном из указанных составов. Скорость растворения никелевого и медного покрытий 1 мкм за 2 мин. Плотность загрузки 1 дм^2/л
		Состав II Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3)	-	От 15 до 25	-	Скорость растворения никелевого и медного покрытий - 1 мкм за 0,5 мин

Продолжение

Вид покрытия	Материал основы	Состав раствора	Содержание компонентов, г/л	Режим работы		Дополнительные указания
				Температура, °С	Плотность тока, А/дм²	
		Натрий фтористый	От 3 до 6			
		Состав III				Катод - свинцовый.
		Кислота серная (плотность 1,84 г/см³)	-	От 15 до 25	От 5 до 10	Скорость растворения покрытия - 1 мкм за 1,5 мин
	Медь и ее сплавы	Кислота серная	От 80 до 100	От 50 до 70	-	Для деталей, выполненных с предельными отклонениями по 5,6,7,8 квалитетам, обработку вести до почернения поверхности, далее декантировать в растворе цианистого калия (100 г/л) при температуре 18-25 °С
		Калий роданистый	От 3 до 5			
		Метанитроанилин	От 40 до 60			
Никелевое, в том числе наносимое химическим способом	Сталь и сплавы типа 47НД, 29НК	Хрома окись	От 200 до 250	От 40 до 50	От 40 до 60	Катод - свинцовый
		Кислота серная	От 2 до 2,5			
	Сталь	Кислота ортофосфорная (плотность 1,64 г/см³)	От 400 до 450 мл/л	От 15 до 25	От 5 до 15	
	Медь и ее сплавы	Кислота серная (плотность 1,84 г/см³)	450 мл/л			
		Вода дистиллированная	От 100 до 150 мл/л			
	Сталь	Нитробензойная кислота	От 100 до 140	От 60 до 90		Барботаж производить сжатым воздухом или кислородом из расчета 1 л/мин на 1 л раствора. Скорость растворения покрытия - 1 мкм за 0,5-2,0 мин
		Этилендиамин (70-процентный)	От 180 до 220			
		Натрий фосфорнокислый 12-водный	От 25 до 35			
		Натрий хлористый	От 30 до 50			
		Натрий азотнокислый	От 25			Приготовление раствора в ванну, оборудован-

			до 35			шивания, засыпать ... ристый натрий, азотнокислый натрий и нитробензойную кислоту. Сухую смесь реактивов перемешать, залить горячей (50-90 °С) водой до половины объема ванны. Включить системы нагрева и воздушного перемешивания и перемешивать содержимое до окончания реакции (прекращения пенообразования). В отдельной емкости растворить размельченную серу в этилендиамине. При перемешивании раствор перелить в основную ванну, нагреть до температуры 80-90 °С. После 2-3 ч перемешивания ванна готова к работе.
Никелевое	Медь и ее сплавы	Состав I Натрий азотнокислый	От 300 до 400	От 15 до 25	От 5 до 10	Катод - свинцовый
		Состав II Кислота соляная	100	От 15 до 25	От 2 до 3	Катод - свинцовый 1 мкм за 1,0 - 1,4 мин
		Состав III Кислота серная (плотность 1,52-1,61 г/см^3)	-	От 15 до 25	От 5 до 10	Катод - свинцовый. Скорость растворения 1 мкм за 1,0-1,4 мин
	Алюминий и его сплавы	Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3)	1 л	От 15 до 25	-	Скорость растворения 1 мкм за 0,5 мин
		Натрий фтористый	От 2 до 4			
	Сталь и сплавы типа 47НД,29НК	Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3) Кислота уксусная (плотность 1,06 г/см^3)	7 объемных частей 3 объемные части	От 15 до 25		Плотность загрузки 1 дм^2/л

Продолжение

Вид покрытия	Материал основы	Состав раствора	Содержание компонентов, г/л	Режим работы		Дополнительные указания
				Температура, °С	Плотность тока, А/дм^2	
Хромовое	Медь и ее сплавы (в том числе с никелевым подслоем)	Кислота соляная	От 150 до 200	От 40 до 50		Допускается удаление покрытия со стальных деталей, имеющих шероховатость поверхности Rz 20
	Сталь	Натр едкий	От 100 до 150	От 15 до 25	От 10 до 20	Катод - стальной
Оловянное и из сплава олово-висмут	Сталь Никель	Состав I Кислота соляная (плотность 1,19 г/см^3) Сурьмы (III) окись	1 л 15	От 15 до 25	-	Скорость растворения покрытия - 1 мкм за 1 мин. Осветлить в растворе соляной кислоты с водой, взятой в соотношении 1:1
		Состав II Натр едкий	От 50 до 100	От 60 до 70	От 3 до 5	Катод - стальной
		Состав III Кислота соляная (плотность 1,19 г/см^3) Железо хлорное	1 л 100	От 15 до 25	-	Скорость растворения - 1 мкм за 10 мин
	Медь и ее сплавы	Состав I Железо хлорное Медь сернокислая Кислота уксусная ледяная	От 75 до 100 От 130 до 160 175	От 20 до 30	-	Скорость растворения - 1 мкм за 3 мин. Осветление в растворе, г/л: хромовый ангидрид - 100 азотная кислота - 60 серная кислота - 9
		Состав II Кислота азотная (плотность 1,4 г/см^3)	10 мл	От 60 до 80	-	Скорость растворения 1 мкм за 1 мин

		Вода дистиллированная Кислота винная	90 мл 10 г			
		Состав III Кислота соляная (плотность 1,19 г/см^3) Сурьмы (III) окись Вода	1 л 12 г 125 мл	От 15 до 25	-	Контактно-выделившуюся сурьму удалить с деталей в 10-процентном растворе горячей щелочи
	Алюминий и его сплавы с медным и никелевым подслоями	Состав I Кислота азотная	-	От 15 до 25	-	Проходит частичное растворение алюминия. Скорость растворения 1 мкм за 5-10 мин
		Состав II Кислота азотная (плотность 1,4 г/см^3) Кислота борфтористоводородная (плотность 1,26 г/см^3) Препарат ОС-20	От 400 до 500 мл/л От 1,0 до 11,5 мл/л От 1 до 5	От 15 до 25	-	Скорость растворения - 1 мкм за 2 мин
Сплав олово-свинец	Медь	Кислота азотная (плотность 1,4 г/см^3) Медь борфтористая (по металлу) Препарат ОС-20	400 мл 1 10	От 15 до 25	-	Скорость растворения - 1 мкм за 1,5-3,0 мин
Оловянное и из сплава олово-свинец	Медь Никель	Кислота борфтористоводородная Удалитель Лимеда УПОС	75 100	От 15 до 45	-	Скорость растворения 1 мкм за 0,1-1,0 мин
Сплав медь-цинк	Сталь	Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3)	-	От 15 до 25	-	
Серебряное (в том числе наносимое химическим способом) Сплав серебро-сурьма Палладиевое	Медь и ее сплавы	Кислота серная (плотность 1,84 г/см^3) Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3)	19 объемных частей 1 объемная часть	От 15 до 25 или От 40 до 50	-	Детали завешивать в сухом виде

Продолжение

Вид покрытия	Материал основы	Состав раствора	Содержание компонентов, г/л	Режим работы		Дополнительные указания
				Температура, °С	Плотность тока, А/дм^2	
Золотое	Медь и ее сплавы Никель и никелевые сплавы	Кислота серная (плотность 1,84 г/см^3	-	От 15 до 25	От 5 до 10	Удаление покрытия вести до полного падения тока. Катод - свинцовый. После растворения покрытия раствор разбавить водой в соотношении от 1:3 до 1:5 и слить
	Никель Сталь и сплавы типа 47НД, 29НК	Калий цианистый (или натрий цианистый) Лимеда УЗП-1	От 10 до 30 От 60 до 90	От 60 до 70	-	Скорость растворения покрытия 1 мкм за 2 мин. Раствор работает до накопления 20 г/л золота Осадок золота промывать водой до устранения сульфат ионов, обработать азотной кислотой, взятой в соотношении 1:1, и снова промыть Осадок высушить и прокалить в муфеле при температуре 900 °С в течение 30 мин Раствор разбавить водой, родий в виде металлических чешуек отфильтровать, промыть "парской водкой" и водой. Очищенный родий можно использовать для приготовления и корректирования электролита путем анодного растворения
Родиевое	Медь и ее сплавы	Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3)	-	От 15 до 25	-	

Анодно-окисное	[illegible]	[illegible] (плотность 1,64 г/см^3)	[illegible]	[illegible] до 25		Время удаления пленки 10–20 мин
		Ангидрид хромовый	20			
	Магний	Натр едкий	От 300 до 500	От 80 до 90		Время удаления пленки 2–3 мин
	Титан	Кислота фтористоводородная	От 180 до 200	От 15 до 25		Время удаления пленки 2–5 с
		Кислота азотная	От 10 до 15			
Окисное (наносимое химическим способом)	Сталь	Кислота соляная	От 150 до 200	От 15 до 25		Промасленные детали необходимо обезжирить
	Медь и ее сплавы	Кислота соляная	От 50 до 100	От 15 до 25		
	Магний и его сплавы	Натр едкий	От 300 до 500	От 80 до 90	–	Время удаления пленки 2–3 мин
Окисное электропроводное	Алюминий и его сплавы	Состав I Кислота азотная (плотность 1,41 г/см^3)	–	От 15 до 25	–	Удаление пленки производить в одном из указанных составов.
		Вода	—			Кислоту с водой смешивать в соотношении 1:1
		Состав II Натр едкий	От 5 до 100	От 15 до 25		
Окисно-фосфатное	Алюминий и его сплавы	Ангидрид хромовый	От 100 до 150	От 90 до 100		
Фосфатное	Сталь	Состав I Кислота соляная	От 100 до 150	От 15 до 25	–	Удаление пленки производить в одном из указанных составов
		Состав II Кислота серная	От 100 до 150	От 15 до 25	–	
		Состав III Натр едкий	От 150 до 200	От 90 до 100	–	

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЭЛЕКТРОЛИТОВ, РАСТВОРОВ И СПЛАВОВ

1. Все растворы, необходимые для анализа, готовят на дистиллированной воде. Реактивы должны быть квалификации не ниже "ч.д.а." Для установки титров рабочих растворов используют реактивы квалификации "х.ч."

2. Пробу отбирают из нескольких мест тщательно перемешанного электролита отборной трубкой из работающей ванны при рабочем уровне ванны. Проба должна быть прозрачной.

3. Результаты анализов записывают в индивидуальный журнал и сдают в виде свидетельств.

4. При использовании объемных методов анализа расхождение между результатами анализа не должно превышать 0,5 %. При получении результата анализа с расхождением более 0,5 % проводятся повторное определение.

5. За результат анализа принимают среднее арифматическое двух-трех измерений.

6. В настоящем стандарте указаны типовые методики определения содержания компонентов электролитов и растворов. При необходимости допускается использование справочной литературы.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

АНАЛИЗ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОБЕЗЖИРИВАНИЯ И ТРАВЛЕНИЯ

1. Определение общей щелочности и трехзамещенного фосфорнокислого натрия алкалиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,5 н раствор
Натр едкий, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

В колбу вместимостью 250 мл отобрать 5 мл электролита, разбавить водой до 50 мл, прилить две-три капли метилового оранжевого и тятровать 0,5 н раствором соляной кислоты до розовой окраски раствора. Раствор кипятить 5 мин для удаления углекислого газа, охладить, прилить несколько капель фенолфталеина и титровать 0,2 н раствором едкого натра до розового окрашивания.

Содержание общей щелочности Н в граммах на литр рассчитать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,5 н раствора солиной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,5 н раствора соляной кислоты по едкому натру (теоретический титр 0,020 г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание трехзамещенного фосфориокислого натрия Н в граммах на литр рассчитать по формуле

$$H = \frac{3a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,2 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование с фенолфталеином, мл;

T – титр 0,2 н раствора едкого натра по трехзамещенному фосфорнокислому натрию (теоретический титр 0,02534), г/л;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания жировых загрязнений

Допускается использование прибора флуорометра ЭФ-3МА. Контроль основан на люминесцентном методе. Интенсивность свечения зависит от концентрации масла и других жировых загрязнений.

3. Определение содержания соляной или серной кислоты объёмным ацидиметрическим методом (без отделения железа) в электролите травления

Реактивы

Натр едкий, 0,5 н раствор

Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

Отобрать в колбу вместимостью 250 мл аликвотную часть, содержащую 2 мл анализируемого раствора, довести водой до 100 мл, прилить несколько капель фенолфталеина и титровать 0,5 н раствором едкого натра до розового окрашивания раствора.

Содержание соляной (или серной) кислоты H в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m} - H_1 \cdot K, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,5 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,5 н раствора едкого натра по соляной (или серной) кислоте (теоретические титры: по соляной кислоте 0,01823, по серной кислоте 0,0245), г/мл;

m – объем раствора, взятый на анализ, мл;

H_1 – содержание железа в растворе, г/л;

K – коэффициент пересчета с железа на соляную кислоту (равен 1,306), с железа на серную кислоту (равен 1,755).

4. Определение содержания хлористого цинка объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак, 25-процентный раствор

Кислота азотная (плотность 1,41)

Трилон Б, 0,1 н раствора
Эрио-кром черный Т (0,2 г индикатора
смешать с 20 г хлористого натрия)

Ход анализа

К 10 мл раствора травления прибавить 50–70 мл воды, раствор довести до кипения, прибавить 5 мл азотной кислоты, охладить и прибавлять аммиак до появления запаха, пр пятить, осадок гидроокиси железа отфильтровать, промыть горячей водой с аммиаком. В фильтрат добавить 0,2–0,5 г индикатора, раствор аммиака – до фиолетового окрашивания и титровать 0,1 н раствором трилона Б до синего окрашивания.

Содержание хлористого цинка Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot K \cdot 1000}{m}, \quad (4$$

где **a** – объем трилона Б, взятый на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по цинку (теоретический титр 0,00327), г/мл;
K – коэффициент пересчета с цинка на хлористый цинк (равен 2,083);
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания железа
объемным бихрометометрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота серная (плотность 1,84),
разбавленная в соотношении 1:4
Кислота фосфорная (плотность 1,7)
Калия бихромат, 0,1 н раствор
Фольга алюминиевая
Дифениламин (0,1 г дифениламина
растворить в 100 мл серной кислоты)

Ход анализа

К 5 мл раствора травления прилить 50 мл воды, 5 мл соляной кислоты, прокипятить. Опустить в раствор алюминиевую проволоку и нагревать ее до восстановления железа (обесцвечивание раствора), прибавить 50 мл воды, 10 мл серной кислоты, 5 мл фосфорной кислоты, одну–две капли раствора дифениламина и титровать 0,1 н раствором бихромата калия до фиолетового окрашивания.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \quad (5$$

где **a** – объем бихромата калия, взятый на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора бихромата калия по железу (теоретический титр 0,005585 г/мл;
m – объем травильного раствора, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 36
Справочное

АНАЛИЗ ЦИАНИСТЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИНКОВАНИЯ

1. Определение содержания цинка объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Раствор буферный (54 г хлористого аммония растворить в 200 мл воды в колбе вместимостью 1 л, прилить 350 мл 25-процентного раствора аммиака, довести водой до метки и перемешать)

Метиловый красный, индикатор

Стандартный раствор цинка (2,5 г металлического цинка растворить в 100 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и нагревать до полного растворения цинка, охладить, перелить в мерную колбу вместимостью 500 мл, раствор довести водой до метки и перемешать)

Трилон Б, 0,1 н раствор (титр установить по стандартному раствору цинка)

Формалин, 10-процентный раствор

Хромоген черный, индикатор или сульфарсазен (0,05-процентный раствор в 0,05 М растворе буры)

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, прилить 50 мл воды, 3-5 мл раствора формалина, 10 мл буферного раствора, добавить примерно 0,5 г хромогена черного или 1 мл сульфарсазена и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю или оранжево-розовой в лимонно-желтую.

Содержание окиси цинка Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1{,}245 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по цинку (теоретический титр 0,00327), г/мл;
1,245 – коэффициент пересчета с цинка на окись цинка;
m – объем электролитов, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания цианистого натрия аргентометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Калий йодистый, 10-процентный раствор
Свинец углекислый
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

В мерную колбу вместимостью 500 мл поместить 25 мл электролита, прибавить 0,2–0,3 г углекислого свинца, довести водой до метки и, спустя 30 мин, отфильтровать через сухой фильтр. Отобрать 50 мл фильтрата в коническую колбу, прилить 5 мл раствора аммиака, 2–3 мл раствора йодистого калия и титровать полученный раствор 0,1 н раствором азотнокислого серебра до появления мути йодистого серебра.

Содержание цианистого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора азотнокислого серебра по цианистому натрию (теоретический титр 0,0098), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания цианистого натрия с применением сульфата никеля, мурексида или сульфарсазена

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный
Мурексид, индикатор
Сульфарсазен, индикатор
Никель сернокислый, 0,05 н раствор (1,45 г металлического никеля растворить в 20 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и выпаривать до появления паров серной кислоты, добавить воду для растворения сернокислых солей, перелить раствор в мерную колбу вместимостью 500 мл и довести водой до метки)

Ход анализа

К 10 мл электролита прилить 5 мл раствора аммиака, добавить 0,3–0,5 г мурексида или 1 мл сульфарсазена и титровать полученный раствор 0,05 н раствором сульфата никеля до перехода окраски раствора в желтую или розовую. Содержание цианистого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,05 н раствора сернокислого никеля, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,05 н раствора сернокислого никеля по цианистому натрию (теоретический титр 0,0049), г/л;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания цианистого натрия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный
Сульфарсазен, индикатор (0,05-процентный раствор в 0,5 М растворе буры)

Трилон Б, 1 н раствор

Раствор никеля азотнокислого (14,84 г азотнокислого никеля растворить в 300 мл воды, отфильтровать в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки. Титр азотнокислого никеля установить по 0,1 н раствору трилона Б)

Ход анализа

Аликвотную часть электролита 10 мл отобрать в коническую колбу вместимостью 250 мл, довести водой до 50 мл, прилить 0,1 М раствор трилона Б в количестве, равном затраченному на определение содержания цинка, прилить 10 мл 25-процентного раствора аммиака, избыток 0,1 н раствора азотнокислого никеля, 1 мл сульфарсазена и через 5 мин титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до изменения окраски.

Содержание цианистого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(V \cdot K - V_1) \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где V – объем 0,1 н раствора азотнокислого никеля, прибавленный к пробе, мл;
K – коэффициент нормальности 0,1 н раствора азотнокислого никеля;
V_1 – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка азотнокислого никеля, мл;
T – титр 0,1 н раствора азотнокислого никеля по цианистому натрию;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания едкого натра объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный
Кислота соляная, 0,5 н раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор или никель сернокислый, приготовленный по п. 4
Калий железистосинеродистый, 5-процентный раствор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл поместить 50 мл фильтрата, приготовленного в соответствии с п. 2, прилить 50 мл воды, 0,1 н раствор азотнокислого серебра (сернокислый никель) в количестве, равном затраченному на определение содержания цианистого натрия, 10 мл раствора железистосинеродистого калия, 20 мл раствора хлористого бария, две-три капли фенолфталеина, титровать полученный раствор 0,5 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Содержание едкого натра Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (5)$$

где a – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,5 н раствора соляной кислоты по едкому натру (теоретический титр 0,02), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания углекислого натрия (калия) объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Калий железистосинеродистый, 5-процентный раствор
Кислота соляная, 0,5 н раствор
Свинец углекислый
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл поместить 50 мл фильтрата, приготовленного в соответствии с п. 2, прилить 50 мл воды, 0,1 н раствор азотнокислого серебра (сернокислого никеля) в количестве, равном затраченному на определение цианистого натрия, 10 мл раствора железистосинеродистого калия, две-три капли фенолфталеина, титровать полученный раствор 0,5 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Содержание углекислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b) \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где **a** – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование для определения общей щелочности электролита, мл;
b – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование едкого натра, мл;
T – титр 0,5 н раствора соляной кислоты по углекислому натрию (теоретический титр 0,053), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

7. Определение содержания железа колориметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Аммоний хлористый
Кислота азотная (плотность 1,41)
Кислота сульфосалициловая, 20-процентный раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5

Стандартный раствор железа состоит из растворов А и Б (раствор А : 0,864 г железоаммонийных квасцов, взвешенных с точностью до 0,0002 г, растворить в 150 мл воды, подкисленной 5 мл серной кислоты, перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки. Раствор Б : в мерную колбу вместимостью 100 мл отобрать 10 мл стандартного раствора А, довести водой до метки. 1 мл раствора Б содержит 0,00001 г железа)

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл прилить 1, 2, 3, 5, 6, 7, 10, 15, 20, 25 мл стандартного раствора Б, в каждую колбу добавить 20 мл воды, 10 мл раствора сульфосалициловой кислоты и раствор аммиака (добавлять до устойчивого желтого окрашивания раствора), довести водой до метки. Через 10-15 мин измерить оптические плотности окрашенных растворов относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме стандартного раствора Б, на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм.

По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности окрашенных растворов, а на оси абсцисс — количества железа в граммах.

Ход анализа

К 5–10 мл электролита прилить 100 мл воды, 1–2 мл азотной кислоты и кипятить 2 мин, добавить 2–3 г хлористого аммония и раствор аммиака – до появления запаха. Осадок гидратов скоагулировать, отфильтровать, промыть горячей водой, растворить на фильтре в 30–40 мм горячей серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, промыть горячей водой; собрать фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 200 мл, охладить, довести водой до метки. Из полученного раствора отобрать аликвотную часть, содержащую 0,25–1,00 мл электролита; в мерную колбу вместимостью 100 мл прилить 10 мл раствора сульфосалициловой кислоты и добавлять раствор аммиака до устойчивого окрашивания раствора; довести водой до метки, через 15 мин измерить оптическую плотность окрашенного раствора относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме анализируемого раствора на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 3 мм. Количество железа находят по калибровочному графику.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \qquad (7)$$

где a – количество железа, найденное по калибровочному графику, г;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

8. Определение содержания железа объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:4
Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кислота сульфосалициловая
Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

К 20 мл электролита в колбе вместимостью 250 мл добавить 2 мл соляной кислоты и нагреть до кипения. Добавить 25 мл 25-процентного раствора аммиака и 50 мл воды и осадить гидрат окиси железа. Раствор отфильтровать, промыть осадок на фильтре горячей водой, перенести воронку с фильтром и осадком в колбу, где велось осаждение, и растворить горячей серной кислотой, промыть пять-шесть раз водой. Аммиаком довести величину pH до 3, добавить несколько кристаллов сульфосалициловой кислоты и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (8)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора трилона Б, затраченный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора трилона Б по железу (теоретический титр 0,02792), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

АНАЛИЗ АММИАКАТНО-УРОТРОПИНОВОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИНКОВАНИЯ

1. Определение содержания окиси цинка объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Раствор буферный (приготовить в соответствии с разделом 1 справочного приложения 36)
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор, сульфарсазен

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 80 мл воды, 10 мл буферного раствора, добавить примерно 0,5 г хромогена черного или 1 мл сульфарсазена и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю или оранжево-розовой в лимонно-желтую.

Содержание окиси цинка в электролите рассчитывать по формуле (1), приведенной в справочном приложении 36.

2. Определение содержания хлористого аммония аргентометрическим методом

Реактивы

Калий хромовокислый, 5-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 0,5 мл електролита, прилить 50 мл воды, 2-3 мл раствора хромовокислого калия и титровать полученный раствор 0,1 н раствором азотнокислого серебра до неисчезающей красноватой окраски раствора.

Содержание хлористого аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора азотнокислого серебра по хлористому аммонию (теоретический титр 0,00535), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания уротропина ацидиметрическим методом

Под воздействием кислоты уротропин разлагается с выделением формальдегида и хлорида аммония. По количеству израсходованной кислоты определить содержание уротропина.

Реактивы

Кислота соляная, 0,5 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 0,5 н раствор

Ход анализа

5 мл электролита нейтрализовать раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого, прилить 50 мл раствора соляной кислоты. Пробу довести до кипения, кипятить 5 мин и, прибавив воды по 100 мл, титровать 0,5 н раствором едкого натра в присутствии метилового оранжевого до перехода окраски раствора в оранжевую.

Содержание уротропина Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell) \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

a – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, добавленный к пробе, мл;
b – объем 0,5 н раствора едкого натра, израсходованный на обратное титрование, мл;
ℓ – соотношение между растворами соляной кислоты и едкого натра;
T – титр 0,5 н раствора едкого натра по уротропину (теоретический титр 0,0175), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания уротропина трилонометрическим методом

Уротропин связать в комплекс роданистым кадмием, избыток которого титровать раствором трилона Б.

Реактивы

Раствор буферный (приготовить в соответствии с п. 1 справочного приложения 36)
Кадмий роданистый, 0,1 н раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор или сульфарсазен

Ход анализа

5 мл электролита поместить в мерную колбу вместимостью 100 мл, прилить 40 мл раствора роданистого кадмия и перемешивать до выпадения обильного осадка, довести водой до метки и дать отстояться в течение 10-12 ч. Раствор отфильтровать в сухую колбу через

сухой фильтр. К 10 мл фильтрата прилить 100 мл воды, 10 мл буферного раствора, 0,3-0,5 г черного хромогена или 1 мл сульфарсазена и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода вишнево-красной окраски в синюю или оранжево-розовой в желтую.

Содержание уротропина Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{[(a\ell - b) - c] \cdot T \cdot 1000}{m}, \quad (3$$

где a – объем 0,1 н раствора роданистого кадмия, добавленный к пробе, мл;
ℓ – соотношение между 0,1 н растворами роданистого кадмия и трилона Б;
b – объем раствора трилона Б, израсходованный на обратное титрование роданистого кадмия, мл;
c – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по уротропину (теоретический титр 0,035), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания диспергатора НФ алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Аммоний хлористый
Бензидин солянокислый (20 г бензидина растворить в 15 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, довести до 1000 мл водой)
Натр едкий, 0,1 н раствор
Фенолфталеин, 1-процентный раствор

Ход анализа

5 мл электролита поместить в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавить 100 мл воды, 10 г хлористого аммония и нагреть раствор до кипения. В кипящий раствор прибавить 40 мл 10-процентного раствора хлористого бария и кипятить в течение 5 мин. При этом выпадает осадок сернокислого бария. Проверить полноту осаждения сульфатов. Раствор с осадком поставить на 2-3 ч в теплое место, после чего отфильтровать через 2 плотных фильтра (синяя лента). Осадок на фильтре промыть пять-семь раз горячей водой, собрать фильтрат и промывные воды в одну колбу. Полученный фильтрат нагреть до кипения и в кипящий раствор осторожно по стенкам колбы небольшими порциями влить 75 мл 2-процентного раствора солянокислого бензидина, кипятить 3-5 мин и быстро охладить под струей холодной воды. Охлажденный раствор оставить на ночь. Раствор отфильтровать через два плотных фильтра (синяя лента) и промыть осадок на фильтре холодной водой. Фильтр с осадком перенести в ту же колбу, в которой производилось осаждение, прилить 200 мл воды, разбить фильтр стеклянной палочкой, нагреть до кипения и титровать горячий раствор 0,1 н раствором щелочи в присутствии пяти-шести капель фенолфталеина до неисчезающей розовой окраски раствора (к концу титрования добавить еще две капли фенолфталеина).

Содержание диспергатора Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot K \cdot 0{,}236 \cdot 1000}{m}, \quad (4$$

где а – объем 0,1 н раствора щелочи, израсходованный на титрование пробы электролита, мл;
К – поправочный коэффициент к титру;
0,236 – титр раствора щелочи по диспергатору НФ (Б), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания уксуснокислого аммония объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Натр едкий, 0,1 н раствор
Фенолфталеин, индикатор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

1 мл электролита поместить в колбу вместимостью 100 мл, довести до метки. Полученный раствор пропустить через колонку с катионитом СДВ-3 или другими катионитами в Н-форме со скоростью 4-5 мл/мин, колонку и катиониты подготовить в соответствии со справочным приложением 70. Колонку промыть с той же скоростью водой (до нейтральной реакции по метиловому оранжевому). Собрать фильтрат и промывные воды в колбу вместимостью 500 мл, нейтрализовать по метиловому оранжевому 0,1 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски в желтую. Оставшуюся в растворе уксусную кислоту титровать 0,1 н раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина до перехода желтой окраски в розовую.

Содержание аммония азотнокислого Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (5)$$

где а – объем 0,1 н раствора едкого натра, взятый на титрование с фенолфталеином, мл;
Т – титр 0,1 н раствора едкого натра по уксуснокислому аммонию (теоретический титр 0,0077), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

7. Определение содержания меди колориметрическим методом

Реактивы

Натрия диэтилдитиокарбамат, 0,2-процентный раствор
Кислота азотная (плотность 1,40), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:4
Кислота лимонная, 2-процентный раствор

Стандартный раствор меди (раствор А: 0,1 г электролитической меди, взвешенной с точностью до 0,0002 г, растворить при нагревании в 10 мл азотной кислоты, прилить 10 мл серной кислоты и упаривать раствор до паров серного ангидрида. Раствор сернокислой меди охладить, прилить 100 мл воды и нагревать до полного растворения осадка, вновь охладить, перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать, 1 мл раствора А содержит 0,0001 г меди. Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 250 мл отобрать 50 мл стандартного раствора А, довести водой до метки и перемешать. 1 мл раствора Б содержит 0,00002 г меди)

Углерод четыреххлористый, хлороформ или толуол

Ход анализа

В цилиндр вместимостью 50 мл с притертой пробкой отобрать 1-5 мл электролита (в зависимости от содержания меди), прилить 1-2 мл серной кислоты, 1,5 мл раствора лимонной кислоты, 3 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия (раствор в цилиндре перемешивать после каждого добавления растворов). Через 3-5 мин добавить 5 мл четыреххлористого углерода и взболтать, закрыв цилиндр пробкой. В другой цилиндр такой же вместимости прилить 5 мл воды, ввести те же объемы серной и лимонной кислот, диэтилдитиокарбамата натрия, четыреххлористого углерода, перемешать и приливать из микробюретки стандартный раствор Б до установления одинаковой окраски органического слоя в обоих цилиндрах.

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot c \cdot 100}{m}, \qquad (6)$$

где a – объем стандартного раствора меди, израсходованный на уравнивание окраски, мл;
c – содержание меди в 1 мл стандартного раствора, г;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3Б
Справочное

АНАЛИЗ ЦИНКАТНОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИНКОВАНИЯ С ПОЛИЭТИЛЕНПОЛИАМИНОМ

1. Определение содержания цинка объемным трилонометрическим методом

Производить в соответствии с п. 1 справочного приложения 3Б.

2. Определение содержания едкого натра объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,1 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

0,5 мл электролита разбавить водой до 100 мл, прибавить одну-две капли метилового оранжевого и титровать 0,1 н раствором соляной кислоты до перехода окраски раствора в лимонно-желтую.

Содержание едкого натра Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1$$

где a – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора соляной кислоты по едкому натру, г/л;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания тиомочевины

Реактивы

Калия бихромат

Кислота сернаи (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1

Железо сернокислое, 0,1 н раствор

Кислота N -фенилантраниловая (0,2 г углекислого натрия и 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворить в 100 мл воды), индикатор

Ход анализа

К 10 мл электролита прилить 12 мл разбавленной серной кислоты, довести водой до 50 мл, добавить 40 мл раствора бихромата калия и кипятить в течение 10 мин. Избыток бихромата калия титровать 0,1 н раствором сернокислого железа с N -фенилантраниловой кислотой. Одновременно провести холостой опыт.

Содержание тиомочевины H в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b) \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где

a – объем 0,1 н раствора сернокислого железа, израсходованный на титрование электролита, мл;

b – объем 0,1 н раствора сернокислого железа, израсходованный на титрование контрольного образца, мл;

T – титр 0,1 н раствора сернокислого железа по тиомочевине (теоретический титр 0,00095), г/л;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания полиэтиленполиамина

Реактивы

Медь сернокислая, 1-процентный раствор

Эозин, 0,04-процентный раствор, индикатор

Раствор буферный (3,17 мл 0,2 М раствора фосфорнокислого двузамещенного натрия и 16,83 мл 0,1 М раствора лимонной кислоты)

Смесь реакционная (30 мл 1-процентного раствора сернокислой меди и 20 мл буферного раствора)

Ход анализа

К 5 мл электролита, предварительно нейтрализованного до pH 3, добавить 2 мл буферного раствора и 1 мл реакционной смеси. Одновременно готовят стандартную шкалу с концентрацией полиэтиленполиамина 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 г/л и проводят анализ как с электролитом.

Концентрацию полиэтиленполиамина в электролите определять по окраске, с которой совпала окраска стандартной пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ 39
Справочное

АНАЛИЗ СЛАБОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИНКОВАНИЯ

1. Определение содержания цинка объемным трилонометрическим методом

Производить в соответствии с разделом 1 справочного приложения 36.

2. Определение содержания хлора аргентометрическим методом

Реактивы

Натрий углекислый
Калий хромовокислый, 5-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

К 2 мл электролита добавить 10 мл воды, 0,5 г углекислого натрия, несколько капель хромовокислого калия добавлять до желтой окраски и титровать 0,1 н раствором азотнокислого серебра до неисчезающей красно-коричневой окраски.

Содержание хлора Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}00355 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл;
0,00355 – титр 0,1 н раствора азотнокислого серебра по хлору, г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания борной кислоты

Реактивы

Натрия гидроокись, 0,5 н раствор
Кислота соляная, 0,1 н раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Метиловый оранжевый, 0,2-процентный раствор, индикатор
Фенолфталеин, индикатор
Глицерин
Маннит, 10-процентный раствор

Ход анализа

К 2 мл электролита добавить 30-50 мл воды, объем трилона Б, который был израсходован на титрование цинка, две-три капли метилового оранжевого и нейтрализовать сначала

...м раствором щелочи до перехода розовой окраски в желтую, затем соляной кислотой до ...ловой окраски и снова щелочью до желтой окраски раствора. К раствору прилить 0,5 мл ...нолфталеина, 10 мл маннита или глицерина и титровать 0,1 н раствором щелочи до розо...го окрашивания. Добавить еще 5 мл глицерина или маннита и, если раствор не обесцвечива...ся, титрование считать законченным. При исчезновеник окраски титрование продолжить.

Содержание борной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}006184 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – объем 0,1 н раствора щелочи, израсходованный на титрование, мл;

0,006184 – теоретический титр 0,1 н раствора щелочи по борной кислоте;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл

4. Определение содержания железа перманганатометрическим методом

Реактивы

Калий марганцовокислый, 0,05 н раствор

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:4

Ход анализа

К 50 мл электролита добавить 10 мл разбавленной в соотношении 1:4 серной кислоты, 1...) мл воды и титровать 0,5 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашива...ния.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где a – объем 0,5 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, мл;

T – титр раствора перманганата калия по железу, (теоретический титр 0,005584), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 40
Справочное

АНАЛИЗ СУЛЬФАТНО-АММОНИЕВОГО ЭЛЕКТРОЛИТА КАДМИРОВАНИЯ

1. Определение содержания сернокислого кадмия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Раствор буферный (приготовить в соответствии с п. 1 справочного приложения 36)

Метиловый красный, индикатор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор или сульфарсазен

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащего 2,5 мл электролита, прилить 60-70 мл воды, две капли метилового красного, раствор аммиака (приливать до желтого окрашивания раствора), 10 мл буферного раствора, добавить около 0,5 г хромогена черного или 1 мл сульфарсазена и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю или оранжево-розовой в желтую.

Содержание сернокислого кадмия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 2{,}282 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по кадмию (теоретический титр 0,00562), г/мл;
2,282 – коэффициент пересчета с кадмия на сернокислый кадмий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания сернокислого аммония объемным методом с применением хлорида бария в присутствии индикатора ализарина S

Реактивы

Ализарин S, индикатор
Барий хлористый, 0,1 н раствор
Кислота соляная, 0,1 н раствор
Спирт этиловый или ацетон

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 50 мл, прибавить пять-семь капель индикатора ализарина S и по каплям добавлять раствор соляной кислоты до перехода фиолетовой окраски раствора в лимонно-желтую, добавить еще две-три капли соляной кислоты, что соответственно равно величине pH 2,3-3,7, 40 мл этилового спирта (ацетона) и титровать полученный раствор 0,1 н раствором хлористого бария до перехода окраски раствора в розовую.

Содержание сульфат-ионов Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – объем 0,1 н раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора хлористого бария по сульфат-иону (теоретический титр 0,0048), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание сернокислого аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = (H_1 - H_2 \cdot 0{,}374) \cdot 1{,}375, \qquad (3)$$

где H_1 – содержание общего количества сульфатов в электролите , г/л;
H_2 – содержание сернокислого кадмия в электролите, г/л;
0,374 – коэффициент пересчета с сернокислого кадмия на сульфат-ион;
0,375 – коэффициент пересчета с сульфат-иона на сернокислый аммоний.

3. Определение содержания уротропина объемным трилонометрическим методом

Производить в соответствии с разделом 4 справочного приложения 37. Для анализа взять 10 мл электролита.

4. Определение содержания диспергатора НФ

Реактивы

Кислота уксусная (ледяная)
Раствор дифенилгуанидина (3 г дифенилгуанидина, взвешенного с точностью 0,0002 г, растворить в 40 мл уксусной кислоты)

Ход анализа

К 10 мл электролита в стакан вместимостью 200–300 мл прилить 75 мл воды, 1 мл уксусной кислоты и медленно при перемешивании прибавить 15 мл раствора дифенилгуанидина. Раствору дать отстояться в течение 12–15 ч, после этого фильтровать через фильтрующий тигель, снабженный прокладкой из асбестового волокна и взвешенный с точностью 0,0002 г. Осадок на фильтре промыть водой до нейтральной реакции промывных вод по лакмусовой или универсальной индикаторной бумаге. Промытый осадок на тигле сушить в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре $(100 \pm 5)^{\circ}C$.

Содержание диспергатора Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 0{,}556 \cdot 1000}{10}, \qquad (4)$$

где m_2 – масса фильтрующего тигля с осадком, г;
m_1 – масса пустого фильтрующего тигля, г;
0,556 – коэффициент пересчета на диспергатор;
10 – объем электролита, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 41
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИАНИСТОГО КАДМИРОВАНИЯ

1. Определение содержания окиси кадмия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Раствор буферный (приготовить в соответствии с п. 1 справочного приложения 36)
Кислота серная (плотность 1,84)

Стандартный раствор кадмия (5 г сернокислого кадмия растворить в 1 л раствора. Содержание кадмия в стандартном раствора определить гравиметрическим методом. Во взвешенную фарфоровую чашку отобрать 20 мл стандартного раствора, прилить несколько капель серной кислоты (плотность 1,84) и выпаривать до прекращения выделения паров серного ангидрида. Осадок сернокислого кадмия прокалить при температуре 500 °С, охладить и взвесить. Содержание кадмия h в граммах (в 20 мл стандартного раствора) рассчитывать по формуле $h = a \cdot 0{,}5392$, где a – масса осадка сернокислого кадмия, г; 0,5392 – коэффициент пересчета с сернокислого кадмия на металлический).

Трилон Б, 0,1 н раствор (титр устанавливается по стандартному раствору кадмия)

Формалин, 10-процентный раствор

Хромоген черный, индикатор или сульфарсазен

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, довести водой до 100 мл, прилить 3-5 мл раствора формалина, 10 мл буферного раствора, добавить 0,3-0,5 г черного хромогена или сульфарсазена и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона до перехода винно-красной окраски раствора в синюю или оранжево-розовой в желтую.

Содержание окиси кадмия H в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1{,}142 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора трилона Б по кадмию (теоретический титр 0,00562), г/мл;

1,142 – коэффициент пересчета с кадмия на окись кадмия;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания цианистого натрия объемным аргонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Калий йодистый, 10-процентный раствор

Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 2,5 мл электролита, разбавить водой до 100 мл, прибавить 5 мл раствора аммиака, 2,5 мл раствора йодистого калия и титровать полученный раствор 0,1 н раствором азотнокислого серебра до появления желтоватой мути йодистого серебра.

Содержание цианистого натрия в электролите рассчитывать по формуле (2), приведенной в справочном приложении 36.

Метод титрования цианистого натрия раствором никелевой соли приведен в разделе 3 справочного приложения 36.

3. Определение содержания цианистого натрия трилонометрическим методом

Производить в соответствии с разделом 4 справочного приложения 36.

4. Определение содержания едкого натра объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Калий железистосинеродистый, 5-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор, или никель сернокислый
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

5 мл электролита разбавить водой до 50 мл, прилить раствор азотнокислого серебра или раствор сернокислого никеля в количестве, в два раза большем израсходованного на определение цианидов, 10 мл раствора железистосинеродистого калия, 20 мл раствора хлористого бария, две-три капли фенолфталеина и медленно титровать полученный раствор 0,2 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Содержание едкого натра в электролите рассчитывать в соответствии с разделом 5 справочного приложения 36.

Теоретический титр 0,2 н раствора соляной кислоты по едкому натру 0,0060 г/мл.

5. Определение содержания сернокислого никеля фотоколориметрическим методом

Реактивы

Аммоний надсернокислый, 10-процентный раствор
Диметилглиоксим, 1-процентный раствор в 5-процентном растворе едкого кали
Кислота азотная (плотность 1,4) и 3,5 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84)
Калий-натрий виннокислый, 20-процентный раствор
Стандартный раствор никеля (1 г металлического никеля марки Н1 или Н2, взвешенного с точностью до 0,0002 г, растворить в 20 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, охладить и перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать; 1 мл раствора содержит 0,001 г никеля)

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл отобрать 0,5; 1; 2; 3; 5; 7; 10; 15; 20; 25 мл стандартного раствора никеля. В каждую колбу прилить по 15 мл 3,5 н раствора азотной кислоты. Полученные растворы довести водой до метки и перемешать. По 5 мл каждого раствора отобрать в другие мерные колбы вместимостью 100 мл, в каждую колбу прилить по 10 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора надсернокислого аммония, 10 мл щелочного раствора диметилглиоксима, полученные растворы довести водой до метки и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора на фотоколориметре с желто-зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. Холостой раствор готовить

так же, как и растворы для построения калибровочного графика, без добавления стандартного раствора никеля. По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси абсцисс количество никеля в граммах, а на оси ординат оптические плотности окрашенных растворов.

Ход анализа

В стакан вместимостью 200 мл отобрать 5-10 мл электролита (в зависимости от содержания сернистого никеля в электролите), прилить 10 мл азотной кислоты, 10 мл серной кислоты и выпарить досуха. В стакан с осадком прилить 15 мл 3,5 н раствора азотной кислоты и нагревать содержимое до растворения осадка, охладить, перелить в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести водой до метки и перемешать. Из полученного раствора отобрать 5-10 мл в мерную колбу вместимостью 100 мл, прилить в нее 10 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора надсернокислого аммония, 10 мл щелочного раствора диметилглиоксима, довести колбу водой до метки и содержимое перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность этого раствора относительно холостого раствора на фотоколориметре с желто-зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. В холостой раствор прилить те же растворы и в тех же количествах, что и в анализируемый раствор.

Содержимое сернокислого никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 4{,}784 \cdot 1000}{m}, \qquad (5)$$

где a – количество никеля, найденное по калибровочному графику, г;
4,784 – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания сернокислого натрия объемным методом с применением хлорида бария в присутствии индикатора ализарина S

Реактивы

Ализарин S, индикатор
Барий хлористый, 0,1 н раствор
Кислота азотная (плотность 1,41), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота соляная (плотность 1,19) 0,1 н раствор
Натр едкий, 0,1 н и 10-процентный раствор
Спирт этиловый или ацетон

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, добавить 20 мл азотной кислоты, 20 мл соляной кислоты и выпаривать содержимое до объема 5 мл, добавить 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривать до объема 5 мл. Добавить 50-70 мл воды, пять-семь капель индикатора ализарина S и по каплям приливать 10-процентный, а затем 0,1 н раствор едкого натра до перехода лимонно-желтой окраски в фиолетовую, что соответствует величине pH 3,7-5,2, добавить три-четыре капли 0,1 н раствора соляной кислоты, 40 мл

этилового спирта (ацетона) и титровать полученный раствор раствором хлористого бария до перехода окраски раствора в розовую.

Содержание общего количества сульфат-ионов рассчитывать в соответствии с разделом 2 справочного приложения 40.

Содержание сернокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = (H_1 - H_2 \cdot 0{,}34) \cdot 3{,}35 , \qquad (3)$$

где H_1 – общее количество сульфат-ионов в электролите, г/л;
H_2 – количество сернокислого никеля в електролите, г/л;
0,34 – коэфициент пересчета с сернокислого никеля на сульфат-ион;
3,35 – коэффициент пересчета с сульфат-иона на сернокислый натрий.

7. Определение содержания углекислого натрия объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл отобрать 5 мл электролита, прилить раствор соляной кислоты в количестве, равном израсходованному на определение едкого натра, 20 мл раствора хлористого бария, содержимое перемешать и дать осадку отстояться. Осадок углекислого бария отфильтровать, промыть четыре-пять раз водой, перенести вместе с фильтром в колбу, в которой велось осаждение, прилить 50 мл воды, две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор раствором соляной кислоты до розового окрашивания.

Содержание углекислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m} , \qquad (4)$$

где a – объем 0,2 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – теоретический титр 0,2 н раствора соляной кислоты по углекислому натрию 0,0106, г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

8. Определение содержания железа колориметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Аммоний хлористый, соль
Кислота сульфосалициловая, 10-процентный раствор
Кислота азотная (плотность 1,4)
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5

Стандартный раствор железа (раствор А:0,1 мг железа содержится в 1 мл раствора. Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 мл отобрать 10 мл раствора А, довести водой до метки и перемешать. Раствор Б годен только в день приготовления)

Ход анализа

К 5 мл электролита добавить 5 мл серной кислоты и нагревать до появления густых паров серного ангидрида, колбу с раствором охладить, добавить 50 мл воды и нагревать до растворения осадка, прилить три-пять капель азотной кислоты, нагреть до кипения, прибавить 2-3 г хлористого аммония и приливать раствор аммиака до появления запаха. Осадок гидратов окиси железа скоагулировать, отфильтровать, промыть горячей водой и растворить на фильтре 30-40 мл горячей серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, собирая раствор в мерную колбу вместимостью 200 мл, и довести водой до метки. К аликвотной части раствора 10-20 мл в мерной колбе вместимостью 100 мл добавить 10 мл сульфосалициловой кислоты и аммиак - до желтой окраски раствора и раствор довести водой до метки. Оптическую плотность раствора определять на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. Холостая проба - вода. Содержание железа определяют по калибровочному графику или методом сравнения.

Построение калибровочного графика. В мерной колбе вместимостью 100 мл отбирать 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 мл раствора железа, добавить по 10 мл сульфосалициловой кислоты аммиак до желтого окрашивания раствора и довести водой до метки. По значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям железа строить калибровочный график.

При определении содержания железа методом сравнения сопоставляют оптическую плотность испытуемого и стандартного растворов железа.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{\alpha_1 V_2 \cdot 0{,}001 \cdot 1000}{\alpha_2 V_1},$$

где α_1 - оптическая плотность пробы электролита;
α_2 - оптическая плотность стандартного раствора железа;
0,0001 - содержание железа в стандартном растворе, г;
V_1 - объем электролита, взятый на анализ, мл;
V_2 - объем стандартного раствора железа, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 12
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИАНИСТОГО МЕДНЕНИЯ

1. Определение содержания меди объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Аммоний надсернокислый, соль
Мурексид, индикатор (0,1 г мурексида растереть в ступке с 30 г хлористого натрия до получения однородной смеси)
Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, добавить 1-2 г надсернокислого аммония и нагревать содержимое до прекращения выделения углекислого газа. К раствору добавить 50-70 мл воды и нагревать его до растворения солей, охладить и прилить раствор аммиака до образования аммиачного комплекса меди и еще три-четыре капли, добавить 0,3-0,5 г мурексида и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания.

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по меди (теоретический титр 0,003177), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания цианистого натрия объемным аргентометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Калий йодистый, 10-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

10 мл электролита довести водой до 50 мл, прилить 5 мл раствора аммиака, 2-3 мл раствора йодистого калия и титровать полученный раствор 0,1 н раствором азотнокислого серебра до появления мути йодистого серебра.

Содержание цианистого натрия в электролите рассчитывать по формуле (2), приведенной в справочном приложении 36.

3. Определение содержания цианистого натрия с применением сульфата никеля и мурексида или сульфарсазеном

Производить в соответствии с разделами 3, 4 справочного приложения 36.

4. Определение содержания едкого натра объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор или
никель сернокислый
Фенолфталеин, индикатор, 0,1-процентный
спиртовой раствор

Ход анализа

5 мл электролита разбавить водой до 50 мл, прилить раствор азотнокислого серебра или сернокислого никеля в количестве, равном половине израсходованного на определение цианида, 20 мл раствора хлористого бария, две-три капли фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,2 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Содержание едкого натра в электролите рассчитывать по формуле (5), приведенной в справочном приложении 36.

Теоретический титр 0,2 н раствора соляной кислоты по едкому натру 0,008 г/мл.

5. Определение содержания виннокислого калия-натрия объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Азотнокислое серебро, 10-процентный раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношениях 1:1 и 1:5
Кислота щавелевая, 0,1 н раствор
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Марганец сернокислый, 10-процентный раствор

Ход анализа

5 мл электролита поместить в мерную колбу вместимостью 250 мл и добавлять две капли фенолфталеина, серную кислоту, разбавленную в соотношении 1:5, до исчезновения розовой окраски, а затем азотнокислое серебро до перехода белой окраски осадка в серую, довести колбу водой до метки, содержимое перемешать и отфильтровать в сухую колбу через сухой фильтр. К 50 мл фильтрата добавить 10 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 20 мл раствора сернокислого марганца, нагреть содержимое до кипения и титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей мути двуокиси марганца, добавить 5 мл раствора щавелевой кислоты и при температуре 80-90 °С титровать избыток щавелевой кислоты 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания раствора.

Содержание виннокислого калия-натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{[a - (c - a_1)] \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование до образования осадка двуокиси марганца, мл;

с – объем 0,1 н раствора щавелевой кислоты, прибавленный к пробе, мл;

a_1 – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевой кислоты, мл;

Т – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по виннокислому калию-натрию (теоретический титр 0,005665), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания углекислого натрия алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

5 мл электролита разбавить водой до 50 мл, прилить раствор соляной кислоты в количестве, равном израсходованному на определение едкого натра, и 20 мл раствора хлористого бария. Содержимое перемешать и дать отстояться, осадок углекислого бария отфильтровать, промыть четыре-пять раз водой и перенести вместе с фильтром в колбу, в которой велось осаждение, прилить 50 мл воды, две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,2 н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в розовую.

Содержимое углекислого натрия рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,2 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл,
T – теоратический титр 0,2 н раствора соляной кислоты по углекислому натрию 0,0106, г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 43
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТОГО МЕДНЕНИЯ

1. Определение содержания меди объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Аммоний хлористый, соль
Кислота азотная (плотность 1,4)
Кислота соляная (плотность 1,19) и разбавленная в соотношении 1:1
Кислота серная (плотность 1,84) и разбавленная в соотношении 1:5
Мурексид
Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

К 2 мл электролита прилить 20 мл серной кислоты, 5 мл азотной кислоты и выпаривать содержимое на песчаной бане до обильного выделения паров серной кислоты (до полного

разложения железистосинеродистого комплекса). Раствор охладить и, прилив 100 мл воды, нагревать до полного растворения сернокислых солей, прибавить 1-2 г хлористого аммония и приливать раствор аммиака до появления запаха. Раствор нагреть для коагуляции гидратов окиси железа. Осадок отфильтровать и, промыв два-три раза горячей водой, растворить на фильтра горячей соляной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1. Фильтр промыть несколько раз горячей водой и произвести переосаждение. Полученный после переосаждения осадок гидратов окиси железа сохранить для определения железистосинеродистого калия. В фильтрат после отделения железа прилить 10 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, содержимое выпарить до 100 мл, охладить и приливать раствор аммиака до образования аммиачного комплекса меди и еще три-четыре капли, добавить 0,3-0,5 г мурексида и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания.

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по меди (теоретический титр 0,003177), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания железистосинеродистого калия объемным йодометрическим методом

Реактивы

Калий йодистый, соль
Крахмал растворимый, индикатор
Натрий серноватистокислый, 0,1 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Ход анализа

Осадок гидратов окиси железа, полученный после отделения от меди, растворить на фильтре горячей соляной кислотой, фильтр промыть несколько раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 500 мл. К охлажденному фильтрату добавить 1-2 г йодистого калия и выделившийся йод титровать 0,1 н раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала до исчезновения синей окраски.

Содержание железистосинеродистого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 7{,}564 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по железу (теоретический титр 0,005584), г/мл;
7,564 – коэффициент пересчета с железа на железистосинеродистый калий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания едкого кали объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,2 н раствор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

К 5-10 мл электролита (в зависимости от содержания едкого натра) прилить 50 мл воды, две-три капли фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Содержание едкого кали Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора соляной кислоты по едкому кали (теоретический титр 0,0056), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания виннокислого калия-натрия перманганатометрическим методом

Предварительно ферроцианид и роданид осадить азотнокислым серебром, для чего к фильтратной части раствора, содержащей 1 мл электролита, прилить две-три капли фенолфталеина и нейтрализовать раствор серной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1, до исчезновения розовой окраски, добавить раствор азотнокислого серебра и закончить анализ, как указано в разделе 5 справочного приложения 42.

ПРИЛОЖЕНИЕ 44
Справочное

АНАЛИЗ ПИРОФОСФОРНОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА МЕДНЕНИЯ

1. Определение содержания меди объемным йодометрическим методом

Реактивы

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1
Крахмал растворимый, индикатор, 0,5-процентный водный раствор
Натрий серноватистокислый, 0,1 н раствор
Раствор Брунса (130 г роданистого калия и 20 г йодистого калия растворить в 1 л раствора)

Ход анализа

К 5 мл электролита добавить 15 мл серной кислоты и выпаривать до паров серного ангидрида. К охлажденному раствору добавить 50-70 мл воды, 15 мл раствора Брунса и титровать полученный раствор 0,1 н раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по меди (теоретический титр 0,006354), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания меди объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Раствор буферный (приготовить в соответствии с разделом 1 справочного приложения 36)
Кислота серная, разбавленная в соотношении 1:5
Метиловый оранжевый, индикатор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Мурексид

Ход анализа

5 мл электролита разбавить водой до 75 мл, добавить три-четыре капли метилового оранжевого и по каплям добавлять серную кислоту для разрушения комплекса – до розового окрашивания, добавить 5 мл буферного раствора, 0,3-0,5 г мурексида и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания.

Содержание меди в электролите рассчитывать по формуле (1), приведенной в справочном приложении 42.

3. Определение содержания пирофосфорнокислого натрия (калия) объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,1 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 0,1 н раствор
Цинк сернокислый, 5-процентный раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 2 мл электролита, довести водой до 50-70 мл, добавить три-четыре капли метилового оранжевого и нейтрализовать раствором соляной кислоты. Добавить 10-15 мл сульфата цинка (предварительно нейтрализованного по метиловому оранжевому) и образовавшуюся в результате реакции кислоту титровать 0,1 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую.

Содержание пирофосфорнокислого натрия или калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование серной кислоты, мл;

T – титр 0,1 н раствора едкого натра по пирофосфорнокислому натрию или калию (теоретический титр по пирофосфорнокислому натрию 0,022303, по пирофосфорнокислому калию 0,019225), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания азотнокислого аммония объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84)

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, поместить в коническую колбу вместимостью 500 мл, прилить 20 мл 0,1 н раствора соли Мора и осторожно при перемешивании прилить 20 мл серной кислоты. Раствор нагреть до кипения, прилить 300 мл воды и титровать избыток соли Мора 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания раствора.

Содержание азотнокислого калия H в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где a – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе при определении, мл;

ℓ – соотношение между 0,1 н растворами соли Мора и марганцовокислого калия;

b – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по азотнокислому аммонию (теоретический титр 0,00266), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания азотистокислого калия объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Кислота щавелевая, 0,1 н раствор

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 500 мл поместить 20 мл 0,1 н раствора марганцовокислого калия, 10 мл серной кислоты и 1 мл электролита, содержимое перемешать и

добавить 25 мл 0,1 н раствора щавелевой кислоты. Раствор нагреть до температуры 70-80 °С (до обесцвечивания) и титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания.

Содержание азотистокислого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a + b - c)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где a – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, добавленный к пробе при определении, мл;

b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевой кислоты, мл;

c – объем 0,1 н раствора щавелевой кислоты, введенный для восстановления избытка марганцовокислого калия, мл;

T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по азотнокислому калию (теоретический титр 0,00425), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 45
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА СЕРНОКИСЛОГО МЕДНЕНИЯ

1. Определение содержания сернокислой меди объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Раствор буферный (54 г хлористого аммония растворить в 200 мл воды, прилить 350 мл 25-процентного раствора аммиака, довести водой до 1 л и перемешать)

Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1-процентный водный раствор, ацетатный буфер pH 5,5-6,0

Уротропин, 20-процентный раствор

Мурексид, индикатор (готовить в соответствии со справочным приложением 42), глицинтимоловый синий (0,25 г растереть в ступке с 25 г хлористого натрия), ПАР – 0,1-процентный раствор (водный)

Стандартный раствор (10 г сернокислой меди растворить в 100 мл воды, перелить в мерную колбу вместимостью 500 мл, довести водой до метки и перемешать)

Трилон Б, 0,1 н раствор (титр установить по стандартному раствору меди)

Ход анализа

Электролит развести в мерной колбе, отобрать в коническую колбу вместимостью 250 мл аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 100 мл, прилить одну-две капли метилового оранжевого и нейтрализовать раствором аммиака до желтого окрашивания, прилить 3-4 мл буферного раствора, добавить 0,3-0,5 г мурексида и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания. При применении глицинтимолового синего индикатора отобрать в коническую колбу аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 100 мл и прилить ацетатный буфер (550 г ацетата натрия растворить в 1 л воды и прилить 100 мл 1 н раствора уксусной кислоты) до величины pH 5,5-6,0 добавить 0,1 г глицинтимолового синего и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода окраски в желто-зеленую.

При применении индикатора ПАР отобрать в коническую колбу аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 100 мл и приливать 20-процентный раствор уротропина до величины pH 5-6 и еще прилить пять-шесть капель индикатора ПАР. Титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода окраски в зеленую.

Содержание сернокислой меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 3{,}93 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по меди (теоретический титр 0,003177), г/мл;
3,93 – коэффициент пересчета с меди на сернокислую медь;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания меди фотоколориметрическим методом

Метод основан на прямом колориметрировании окрашенного в синий цвет электролита.

Ход анализа

5 мл отфильтрованного электролита поместить в мерную колбу вместимостью 1000 мл, довести до метки водой и тщательно перемешать. Замерить оптическую плотность на фотоколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. Холостой пробой служит вода.

Количество меди найти по калибровочному графику. Калибровочный график построить по серии стандартных растворов, которые содержат 160, 180, 200, 220, 240, 260, 280 г/л сульфата меди и 50 г/л серной кислоты. Растворы отфильтровать и замерить оптические плотности, как указано в ходе анализа.

Содержание сернокислой меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 3{,}93 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – количество меди, найденное по калибровочному графику, г;
3,93 – коэффициент пересчета с меди на сернокислую медь;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания серной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Метиловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 0,1 н раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 150-200 мл, добавить две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую.

Содержание серной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где а – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора едкого натра по серной кислоте (теоретический титр 0,0049), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 46
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА КРЕМНЕФТОРИСТОВОДОРОДНОГО МЕДНЕНИЯ

1. Определение содержания кремнефтористой меди объемным йодометрическим методом

Реактивы

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Крахмал растворимый, индикатор, 0,5-процентный водный раствор
Натрий серноватистокислый, 0,1 н раствор
Раствор Брунса (130 г роданистого калия и 20 г йодистого калия растворить в 1 л раствора)

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, добавить 30 мл воды, 5 мл серной кислоты. Раствор охладить, прилить 10 мл раствора Брунса и титровать выделившийся йод 0,1 н раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала (который добавить в конце титрования) до исчезновения синей окраски раствора.

Содержание кремнефтористоводородной меди в Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 3{,}236 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где а – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по меди (теоретический титр 0,006354), г/мл;
3,236 – коэффициент пересчета с меди на кремнефтористую медь;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания кремнефтористоводородной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Калий хлористый, насыщенный раствор
Метиловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 0,5 н раствор

Ход анализа

К 10 мл электролита прилить 30 мл насыщенного раствора хлористого калия, 100 мл воды и перемешать. Добавить в раствор несколько капель метилового оранжевого и титровать его 0,5 н раствором едкого натра до желто-зеленого окрашивания.

Содержание кремнефтористоводородной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,5 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,5 н раствора едкого натра по кремнефтористоводородной кислоте (теоретический титр 0,036), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 47
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ НИКЕЛИРОВАНИЯ

1. Определение содержания никеля объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Мурексид, индикатор, сульфасазен

Стандартный раствор никеля (0,5 г металлического никеля растворить в 30 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, упарить до 5 мл, прилить 20 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и выпаривать до появления паров серной кислоты, добавить 25 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5. Полученный раствор перелить в мерную колбу вместимостью 250 мл и довести водой до метки)

Трилон Б, 0,1 н раствор (титр установить по стандартному раствору никеля)

Ход анализа

В мерную колбу вместимостью 200 мл прилить 40 мл раствора аммиака, 20 мл электролита, перемешать, довести водой до метки и вновь перемешать. Через 5-10 мин раствор с осадком отфильтровать через сухой фильтр в сухую колбу и отобрать 10 мл фильтрата в колбу емкостью 250 мл, прилить в нее 100 мл воды, прибавить 0,2-0,3 г мурексида или восемь-десять капель сульфасазена и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания или до перехода розовато-сиреневой окраски в зеленую.

Содержание сернокислого никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot K \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по никелю (теоретический титр 0,002936), г/мл;
K – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель (равен 4,784) и с никеля на хлористый никель (равен 4,049);
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания никеля фотоколориметрическим методом

Метод основан на измерении интенсивности зеленой окраски сульфата никеля, пропорциональной концентрации никеля.

Построение калибровочного графика. Калибровочный график построить по серии стандартных растворов, содержащих 140, 170, 200, 230, 260, 290, 320 г/л сернокислого никеля и соответствующие количества составляющих электролита. Точное содержание никеля в растворах определить гравиметрическим методом. Оптическую плотность стандартных растворов замерить на фотоколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. Холостой пробой служит вода. По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности окрашенных растворов, а на оси абсцисс – количество никеля в граммах.

Ход анализа

50 мл предварительно отфильтрованного электролита поместить в кювету с толщиной слоя 30 мм и замерить оптическую плотность на фотоколориметре с красным светофильтром. Холостой пробой служит вода.

Содержание сернокислого никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 4{,}784 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **а** – количество никеля, найденное по калибровочному графику, г;

4,784 – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания борной кислоты объемным ацидометрическим методом с предварительным связыванием катионов в комплекс

Реактивы

Раствор глицерино-оксалатный (насыщенный водный раствор щавелевокислого калия смешать с глицерином в соотношении 1:1. На 100 мл оксалатного раствора добавить 0,05 г фенолфталеина, предварительно растворенного в минимальном количестве спирта при нагревании)

Натр едкий, 0,1 н раствор

Ход анализа

К аликвотной части, содержащей 1 мл электролита, прилить 20 мл глицеринооксалатного раствора и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до розового окрашивания. Если от прибавления еще 5 мл оксалатного раствора окраска раствора не изменится, титрование считать законченным.

Содержание борной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

Т – титр 0,1 н раствора едкого натра (теоретический титр 0,006183) по борной кислоте, г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания сернокислого магния объемным трилонометрическим методом с предварительным отделением никеля

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Раствор буферный (63,7 г хлористого аммония растворить в 200 мл воды, прилить 570 мл 25-процентного раствора аммиака, довести водой до 1 л и перемешать)

Натрия диэтилдитиокарбомат, 10-процентный раствор

Стандартный раствор магния (10 г сернокислого магния растворить в мерной колбе вместимостью 500 мл, довести водой до метки и перемешать. Содержание магния определить обычным гравиметрическим методом, отбирая 5 мл стандартного раствора)

Трилон Б, 0,1 н раствор (титр установить по стандартному раствору магния)

Хромоген черный, индикатор

Ход анализа

В мерную колбу вместимостью 250 мл отобрать 10 мл электролита, прилить 10 мл буферного раствора, 75 мл раствора диэтилдитиокарбомата натрия, перемешать и проверить полноту осаждения никеля. Раствор довести водой до метки, вновь перемешать и после отстаивания в течение 5 мин отфильтровать через складчатый фильтр в сухую колбу. Отобрать 50 мл фильтрата в колбу вместимостью 250 мл, прилить 10 мл буферного раствора, 5 мл раствора аммиака, десять капель индикатора хромогена и при перемешивании медленно титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

Содержание сернокислого магния Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 10{,}137 \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора трилона Б по магнию (теоретический титр 0,001216), г/мл;

10,137 – коэффициент пересчета с магния на сернокислый магний;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания сернокислого натрия объемным методом с применением хлористого бария в присутствии индикатора ализарина S

Реактивы

Ализарин **S**, индикатор, 0,2-процентный водный раствор

Барий хлористый, 0,1 н раствор

Кислота соляная, 0,1 н раствор

Спирт этиловый или ацетон

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 40 мл, добавить пять-семь капель индикатора ализарина **S** и по каплям добавлять раствор соляной кислоты до изменения фиолетовой окраски раствора в желтую и еще добавить две-три капли

кислоты, что соответствует величине pH 2,3-3,7. К раствору прилить 40 мл этилового спирта (ацетона) и титровать его 0,1 н раствором хлористого бария до перехода окраски раствора в розовую.

Общее содержание сульфат-ионов в электролите рассчитывать по формуле (2), приведенной в справочном приложении 40.

Содержание сернокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = H_1 - (H_2 \cdot 0,342 + H_3 \cdot 0,389) \cdot 3,35,$$

где H_1 – содержание общего количества сульфат-ионов в электролите, г/л;
H_2 – количество сернокислого никеля в электролите, г/л;
H_3 – количество сернокислого магния в электролите, г/л;
0,342 – коэффициент пересчета с сернокислого никеля на сульфат-ион;
0,389 – коэффициент пересчета с сернокислого магния на сульфат-ион;
3,35 – коэффициент пересчета с сульфат-иона на сернокислый натрий.

6. Определение содержания хлористого натрия объемным аргентометрическим методом

Реактивы

Калий хромовокислый, 6-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

К 5 мл электролита добавить 50 мл воды, 2-3 мл раствора хромовокислого калия и титровать полученный раствор раствором азотнокислого серебра до неисчезающей красноватой окраски осадка.

Содержание хлористого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m},$$

где a – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование,
T – титр 0,1 н раствора азотнокислого серебра по хлористому натрию (теоретический титр 0,00584), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

7. Определение содержания соляной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Натр едкий, 0,1 н раствор
Метиловый красный, индикатор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 50 мл, добавить две-три капли метилового красного и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до перехода красной окраски раствора в желтую.

Содержание соляной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}. \qquad (7)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора едкого натра по соляной кислоте (теоретический титр 0,00365), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

8. Определение содержания надсернокислого калия объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор (40 г соли Мора растворить в 100 мл воды, прилить 50 мл серной кислоты (плотность 1,84), разбавленной в соотношении 1:1, довести водой до 1 л и перемешать. Установить соотношение между данным раствором и 0,1 н раствором марганцовокислого калия)

Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор

Ход анализа

К 25 мл электролита прилить 25 мл воды, 10 мл раствора соли Мора и перемешать, прилить 100 мл кипящей воды, вновь перемешать, охладить и титровать полученный раствор 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания.

Содержание надсернокислого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\ T \cdot 1000}{m}. \qquad (8)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе при определении, мл;
ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и соли Мора;
b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, мл;
T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по надсернокислому калию (теоретический титр 0,01352), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

9. Определение содержания фтористого натрия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак, 25-процентный раствор и разбавленный в соотношении 1:1

Кальций хлористый, 0,1 н раствор

Мурексид, индикатор

Метиловый красный, индикатор

Трилон Б, 0,1 н раствор (установить соотношение между 0,1 н растворами хлористого кальция и трилона Б)

Ход анализа

Колонку и катионит подготовить в соответствии со справочным приложением 72. Колонку промыть три-четыре раза небольшими порциями воды. К фильтрату добавить 15-20 мл 0,1 н раствора хлористого кальция, две-три капли метилового красного, раствор нейтрализовать раствором аммиака, разбавленного в соотношении 1:1, до перехода розовой окраски в желтую. Затем раствор нагреть до кипения, колбу с раствором охладить, прилить 5 мл 25-процентного раствора аммиака, 0,2-0,3 г мурексида и титровать избыток ионов кальция 0,1 н раствором трилона Б до перехода розовой окраски раствора в малиновую.

Содержание фтористого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b) \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (9)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора хлористого кальция, добавленный к пробе при определении, мл;

ℓ – соотношение между растворами трилона Б и хлористого кальция;

b – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора трилона Б по фтористому натрию (теоретический титр 0,0042), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

10. Определение содержания сульфаминовой кислоты объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Кислота серная, 4 н раствор
Натрий азотистокислый, 0,1 н раствор
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 50-100 мг сульфаминовой кислоты, разбавить 100 мл воды и подкислить 20 мл 4 н раствора серной кислоты, добавить при перемешивании 25 мл 0,1 н раствора азотистокислого натрия, 10 мл 0,1 н раствора марганцовокислого калия. После обесцвечивания раствора добавить еще 10 мл 0,1 н раствора марганцовокислого калия и титровать 0,1 н раствором азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора. Одновременно проводить холостой опыт с тем же количеством воды вместо электролита.

Содержание общего количества сульфаминовой кислоты рассчитывать по формуле

$$V = 25 + V_2 - V_1, \qquad (10)$$

где **V** – объем 0,1 н раствора азотистокислого натрия, соответствующий объему взятой сульфаминовой кислоты, мл;

25 – добавленный первоначальный объем 0,1 н раствора азотистокислого натрия, мл;

V_2 – объем 0,1 н раствора азотистокислого натрия, взятый на обратное титрование, мл;

V_1 – общий объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, мл.

1 мл 0,1 н раствора азотистокислого натрия соответствует 4,85 мг сульфаминовой кислоты.

11. Определение содержания железа колориметрическим методом

Производить по разделу 7 справочного приложения 36.

12. Определение содержания меди фотометрическим методом с реагеном пикрамин-эпсилон (ПЭ)

Реактивы

Кислота соляная, 0,5 н раствор
Кислота фосфорная (плотность 1,64)
Кислота азотная (плотность 1,41), разбавленная в соотношения 1:1
ПЭ, 0,1-процентный водный раствор
Тиомочевина

Стандартный раствор меди (раствор А: 0,1 г металлической меди растворить в 10 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. Раствор перевести в мерную колбу вместимостью 1000 мл.1 мл раствора содержит 0,1 мг меди. Раствор Б: 5 мл полученного раствора перевести в колбу вместимостью 100 мл, довести водой до метки, 1 мл раствора содержит 5 мкг меди)

Ход анализа

В две мерные колбы вместимостью 50 мл отобрать 1-2 мл электролита, прилить 20-30 мл воды, 10 мл 0,5 н раствора соляной кислоты, 1 мл ортофосфорной кислоты, 2 мл раствора ПЭ, в одну из колб 1 мл тиомочевины и довести до метки. Замерить оптическую плотность растворов на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм при длине волны 540-550 нм.

Содержимое меди в пробе Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m \cdot 10^6}, \qquad (11)$$

где **a** – количество меди, найденное по графику, мкг;
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

Построение градуировочного графика. В мерные колбы вместимостью 50 мл отобрать раствор меди Б в количестве 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0, добавить 20-30 мл воды и последовательно прилить 0,5 мл соляной кислоты, 1 мл фосфорной кислоты, 2 мл ПЭ, растворы довести водой до метки, определить оптическую плотность стандартных растворов, строить градуировочный график в зависимости от содержания меди, мкг.

13. Определение содержания сахарина объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Бромкрезоловый пурпуровый, индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Натр едкий, 0,2 н раствор

Спирт метиловый (или этиловый)
Этилацетат

Ход анализа

В делительную воронку вместимостью 100 мл отобрать 50 мл электролита, прилить 3 мл соляной кислоты (плотность 1,19), 25 мл этилацетата, закрыть пробкой и взбалтывать в течение 2 мин, отстоявшийся водный слой слить. В делительную воронку с оставшимся органическим слоем прилить 10 мл воды, взбалтывать в течение 1-2 мин, отстоявшийся водный слой слить и промывать водой до нейтральной реакции промывных вод. Промытый органический слой из делительной воронки слить в коническую колбу вместимостью 250 мл. Промыть воронку 10 мл метилового (или этилового) спирта, сливая его в колбу с органическим слоем, добавить пять капель бромкрезолового пурпурового и титровать 0,02 н раствором едкого натра до синего окрашивания раствора. Параллельно провести холостой опыт (50 мл электролита без органических добавок) через весь ход анализа в исследуемом электролите.

Содержание сахарина Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a-b)\,T \cdot 1{,}3 \cdot 1000}{m}, \qquad (13)$$

где **a** – объем 0,02 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование электролита, мл;

b – объем 0,02 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование холостой пробы, мл;

T – титр 0,02 н раствора едкого натра по сахарину (теоретический титр 0,00364), г/мл;

1,3 – коэффициент экстракции;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

14. Определение содержания 1,4-бутиндиола объемным йодометрическим методом

Реактивы

Калий йодистый, 10-процентный раствор
Крахмал растворимый, индикатор, 0,5-процентный раствор (водный)
Кислота соляная (плотность 1,19)
Натрий серноватистокислый, 0,1 н раствор

Бромид-бромат, 0,1 н раствор (2,76 г бромноватокислого калия и 10 г бромистого калия растворить в 1 л раствора). Соотношение между 0,1 н раствором серноватистокислого натрия и бромид-броматом устанавливается следующим образом. В колбу с притертой пробкой прилить из бюретки 25 мл 0,1 н раствора бромид-бромата, 5 мл соляной кислоты (плотность 1,19), 10 мл 10-процентного раствора йодистого калия. Колбу закрыть пробкой, взбалтать и через 5 мин титровать 0,1 н раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала до исчезновения синей окраски раствора. Величину ℓ рассчитывать по формуле

$$\ell = \frac{a}{b}, \qquad (14)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл;

b – объем раствора бромид-бромата, взятый на титрование, мл

Ход анализа

В колбу вместимостью 250 мл с притертой пробкой прилить 25 мл электролита, 75 мл воды, 10 мл 0,1 н раствора бромид-бромата, 5 мл соляной кислоты (плотность 1,19), закрыть колбу пробкой. Раствор перемешать и поставить в темное место на 5 мин. Затем к раствору прилить 10 мл 10-процентного раствора йодистого калия, закрыть колбу пробкой, перемешать и вновь поставить в темное место на 2-3 мин. Выделившийся йод титровать 0,1 н раствором серноватистокислого натрия до светло-желтого окрашивания, затем прилить 1-2 мл раствора крахмала и продолжать титрование до исчезновения синей окраски раствора. Параллельно проводить холостой опыт (25 мл электролита, не содержащего бутиндиол), как в исследуемом электролите.

Содержание 1,4-бутиндиола Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b) - (ab - c)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (15)$$

где
- a – объем 0,1 н раствора бромид-бромата, добавленный к пробе при определении, мл;
- ℓ – соотношение между растворами серноватистокислого натрия и бромид-бромата;
- b – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование раствора бромид-бромата в холостой пробе, мл;
- c – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование избытка раствора бромид-бромата в пробе электролита, мл;
- T – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по бутиндиолу (практический титр 0,00269), г/мл;
- m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

15. Определение содержания цинка фотоколориметрическим методом

Реактивы

Анионит ЭДЭ-10П
Натрия тиосульфат, 25-процентный раствор
Буфер ацетатный
Дитизон, 0,001-процентный раствор в хлороформе
Аммоний, 25-процентный водный раствор
Диметилглиоксим, 1-процентный раствор
Кислота серная, разбавленная в соотношении 1:5
Цинк металлический гранулированный

Стандартный раствор (2 г металлического цинка растворить в 40-80 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, довести раствор водой до 500 мл. 1 мл раствора содержит 0,004 г цинка, 5 мл исходного раствора перенести в колбу вместимостью 100 мл. В 1 мл раствора будет содержаться 0,0002 г цинка)

Ход анализа

2,5 мл электролита предварительно отделить от никеля в ионообменной колонке с анионитом ЭДЭ-10П. Капля очищенного раствора, помещенная на фильтровальную бумагу, смоченную диметилглиоксимом, не должна давать розового окрашивания в парах аммиака. Раствор перенести в делительную воронку вместимостью 150 мл, добавить 5 мл уксуснокислого буфера и взболтать. Добавить 1 мл 25-процентного раствора тиосульфата натрия и 10 мл раствора дитизона в хлороформе. Раствор встряхнуть и дать отстояться. Провести повторное промывание раствора дитизоном. В органическом слое определяют содержание цинка на фотоколориметре при длине волны 538 нм.

ПРИЛОЖЕНИЕ 48
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ХРОМИРОВАНИЯ

1. Определение содержания хромового ангидрида титрованием двойной сернокислой солью железа

Реактивы

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор (приготовить в соответствии с п. 8 справочного приложения 47)

Дифениламин, индикатор

Кислота фосфорная (плотность 1,7)

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 75-100 мл, добавить 5 мл фосфорной кислоты, четыре-пять капель дифениламина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором соли Мора до перехода синей окраски раствора в зеленую.

Содержание хромового ангидрида Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора соли Мора, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора соли Мора по хромовому ангидриду (теоретический титр 0,00333), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания хромового ангидрида фотоколориметрическим методом

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 0,5 мл электролита, поместить в мерную колбу вместимостью 250 мл, довести водой до метки, перемешать. Замерить оптическую плотность раствора на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. Холостой пробой служит вода.

Содержание хромового ангидрида Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – количество хромового ангидрида, найденное по калибровочному графику, г;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Калибровочный график построить по серии стандартных растворов с содержанием хромового ангидрида 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 260, 270, 280, 290, 300 г/л.

3. Определение содержания окиси хрома титрованием раствором соли Мора

Реактивы

Аммоний надсернокислый, соль
Натрий хлористый, 5-процентный раствор
Дифениламин, индикатор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Кислота фосфорная (плотность 1,7)
Серебро азотнокислое, 1-процентный раствор
Марганец сернокислый, 10-процентный раствор
Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая - соль Мора, 0,1 н раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 0,5 мл электролита, прилить 100 мл воды, 15 мл серной кислоты, одну-две капли раствора сернокислого марганца, 5 мл раствора азотнокислого серебра, 1-2 г надсернокислого аммония и кипятить 3-5 мин, добавить 5 мл раствора хлористого натрия и кипятить раствор до желтого окрашивания и коагуляции осадка хлористого серебра. Раствор охладить, добавить 5 мл фосфорной кислоты, четыре-пять капель дифениламина и титровать 0,1 н раствором соли Мора до перехода синей окраски раствора в зеленую.

Содержание окиси хрома Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** - объем соли Мора, израсходованный на титрование при определении окиси хрома, мл;
b - объем соли Мора, израсходованный при определении хромового ангидрида, мл;
T - титр соли Мора по окиси хрома (теоретический титр 0,00253), г/мл;
m - объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания серной кислоты весовым методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, разбавленная в соотношении 1:1 и 1-процентный раствор
Кислота уксусная, 98-процентная
Спирт этиловый или глицерин

Ход анализа

10 мл электролита разбавить водой до 100 мл, прилить 20 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 10 мл этилового спирта (глицерина) и нагреть до перехода желтой окраски раствора в зеленую, что свидетельствует о восстановлении шестивалентного

хрома до трехвалентного. Раствор кипятить до удаления уксусного альдегида (до исчезновения характерного запаха), образующегося при восстановлении хрома, разбавить горячей водой до 100 мл, прилить 10 мл уксусной кислоты, нагреть до кипения и при перемешивании прилить 10-15 мл горячего раствора хлористого барич. Раствор с осадком сернокислого бария кипятить 3-5 мин, поставить в теплое место на 1-2 ч, отфильтровать через плотный фильтр с беззольной бумажной массой. Осадок промыть 1-процентным раствором соляной кислоты, затем теплой водой, высушить, прокалить при температуре 850-900 °С и взвесить.

Содержание серной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}4202 \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – масса осадка сернокислого бария, г;
0,4202 – коэффициент пересчета с сернокислого бария на серную кислоту;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания серной кислоты объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кислота соляная, 1-процентный раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор
Цинк хлористый, 0,1 н раствор

Ход анализа

В стакан вместимостью 300 мл отобрать 5-10 мл электролита (в зависимости от содержания серной кислоты) и вести восстановление шестивалентного хрома до трехвалентного и осаждение серной кислоты, как указано в п. 4 настоящего приложения. Раствор с осадком сернокислого бария отфильтровать через два плотных фильтра и промывать осадок 1-процентным раствором соляной кислоты, затем теплой водой до отрицательной реакции на хлор (качественная проба с азотнокислым серебром). Промытый осадок вместе с фильтром поместить в стакан, в котором велось осаждение, прилить 100 мл раствора аммиака, 25 мл 0,1 н раствора трилона Б и нагревать при перемешивании до растворения осадка (не доводя до кипения). Раствор охладить и, добавив 5 мл раствора аммиака (величина pH 10,5-11,5) и около 0,5 г хромогена черного, титровать 0,1 н раствором хлористого цинка до перехода сине-зеленой окраски в винно-красную.

Содержание серной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\, T \cdot 1000}{m}, \qquad (5)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе, мл;
b – объем 0,1 н раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование избытка 0,1 н раствора трилона Б, мл;
ℓ – соотношение между растворами трилона Б и хлористого цинка;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по серной кислоте (теоретический титр 0,0049), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания азотнокислого натрия объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84)

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 0,2 мл электролита, прилить столько раствора соли Мора, сколько было израсходовано при определении хромового ангидрида, добавить 20-30 мл его избытка и 25 мл серной кислоты. Раствор нагреть до кипения и кипятить 2-3 мин, добавить 300-350 мл воды, охладить и титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розовой окраски.

Содержание азотнокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a - (b\ell - c)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где
- **a** – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе, мл;
- **b** – объем 0,1 н раствора соли Мора, израсходованный на титрование хромового ангидрида, мл;
- ℓ – соотношение между 0,1 н растворами соли Мора и марганцовокислого калия;
- **c** – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, мл;
- **T** – титр марганцовокислого калия по азотнокислому натрию (теоретический титр 0,00283), г/мл;
- **m** – объем электролита, взятый на анализ, мл.

7. Определение содержания ацетата бария гравиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1
Спирт этиловый или глицерин

Ход анализа

К 10 мл электролита, разбавленного водой до 100 мл электролита, прилить 20 мл соляной кислоты, 10 мл этилового спирта (глицерина) и нагреть до перехода желтой окраски раствора в зеленую, что свидетельствует о восстановлении шестивалентного хрома в трехвалентный. Раствор кипятить до удаления уксусного альдегида (до исчезновения характерного запаха), разбавить водой до 100 мл, прилить 20 мл серной кислоты, нагреть до кипения и дать отстояться в течение 2 ч. Раствор с осадком сернокислого бария отфильтровать через два плотных фильтра и осадок промыть несколько раз горячей водой. Промытый осадок высушить, прокалить при температуре 850-900 °С и взвесить.

Содержание ацетата бария Н в граммах на литр рассчитывать по формуле:

$$H = \frac{a \cdot 1{,}09 \cdot 1000}{m}, \qquad (7)$$

где **a** – масса осадка сернокислого бария, г;
1,09 – коэффициент пересчета с сульфата бария на ацетат бария;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

8. Определение содержания борной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Метиловый красный, индикатор
Натр едкий, 10-процентный и 0,1 н раствор
Раствор инвертного сахара.
Спирт этиловый или глицерин
Маннит
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

10 мл электролита разбавить водой до 100 мл, добавить 30 мл соляной кислоты, 10 мл этилового спирта (глицерина), 0,2-0,3 г маннита и нагревать до полного восстановления шестивалентного хрома до трехвалентного. Раствор кипятить до исчезновения запаха альдегида, образующегося при восстановлении хрома, перелить в мерную колбу вместимостью 500 мл, куда предварительно налить 200 мл горячего 10-процентного раствора едкого натра, довести водой до метки и перемешать. После отстаивания раствор отфильтровать через сухой фильтр, отобрать 100 мл фильтрата и подкислять соляной кислотой по метиловому красному до розового окрашивания. Избыток соляной кислоты нейтрализовать 0,1 н раствором едкого натра до перехода скраски в желтую, добавить 15 мл раствора инвертного сахара, несколько капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра, прибавить еще 5 мл инвертного сахара и, если окраска изменится, вновь титровать раствором едкого натра.

Содержание кислоты в электролите рассчитывать по формуле (3), приведенной в справочном приложении 47.

Теоретический титр 0,1 н раствора едкого натра по борной кислоте 0,00618 г/мл.

9. Определение содержания солей стронция трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак, 25-процентный раствор
Раствор буферный (готовить в соответствии с п. 1 справочного приложения 36)
Магний хлористый, 0,1 н раствор (установить соотношение между растворами трилона Б и хлористого магния)

Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 2,5 мл электролита, разбавить водой до 50 мл, рибавить 5 мл раствора аммиака. Раствор нагреть для коагуляции гидратов окиси железа, фильтровать и промыть осадок горячей водой. В фильтрат прилить 10 мл раствора трило- а Б, 10 мл буферного раствора, 0,3-0,5 г хромогена черного и титровать полученный рас- вор 0,1 н раствором хлористого магния до перехода синей окраски раствора в красную.

Содержание стронция Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 2{,}096 \cdot 1000}{m}, \qquad (8)$$

ре **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе, мл;
b – объем 0,1 н раствора хлористого магния, израсходованный на титрование, мл;
ℓ – соотношение между 0,1 н растворами трилона Б и хлористого магния;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по стронцию (теоретический титр 0,00438), г/мл;
2,096 – коэффициент пересчета со стронция на сернокислый стронций;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

10. Определение содержания кремнефторида калия фотоколориметрическим методом

Реактивы

Хром фиолетовый кислый (0,15 г индикатора растворить в 1 л воды)
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Цирконня хлорид (0,354 г хлорида цирконня растворить в 600 мл воды, прибавить 50 мл соляной кислоты (плотность 1,19), прокипятить, охладить, перелить в мерную колбу стимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Реактив после приготовления дол- н стоять 1 ч)
Стандартный раствор фторида натрия (содержит 0,0384 мг фтора в 1 мл)
Тиомочевина, 10-процентный раствор
Ангидрид хромовый (250-280 г растворить в 1 л воды)

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 0,1 мл электролита, поместить в мерную колбу естимостью 100 мл, прибавить 10-15 мл воды и по индикаторной бумаге Конго устано- ть кислую среду (цвет бумаги сиреневый). Добавить 1 мл соляной кислоты, 3 мл раствора мочевины (раствор должен окраситься в зеленый цвет), 3 мл раствора хлорида цирконня и мл фиолетового кислотного хрома, довести раствор водой до метки и перемешать. Одно- мению приготовить раствор фона, для чего аликвотную часть раствора, содержащую 0,1 мл ктролита, поместить в мерную колбу вместимостью 100 мл, ввести в нее все реактивы, ме хлорида цирконня, и довести водой до метки. Через 25 мин измерить оптическую плот- ть растворов на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя или 30 мм.

Содержание кремнефторида калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 11{,}594 \cdot 1000}{m}, \qquad (9)$$

где **а** – количество фтора, найденного по калибровочному графику, г;
11,594 – коэффициент пересчета с фтора на кремнефторид;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл ввести 5 мл хромового ангидрида и по 2,5; 5; 7,5; 10 мл стандартного раствора фторида натрия, установить кислую среду по индикаторной бумаге Конго и продолжить определение, как указано в ходе анализа.

11. Определение содержания железа объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота серная, разбавленная в соотношения 1:4
Аммиак, 25-процентный раствор
Аммоний хлористый, 25-процентный раствор
Кислота сульфосалициловая
Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

20 мл электролита поместить в колбу вместимостью 250 мл, добавить 2 мл соляной кислоты и нагреть до кипения, добавить 25 мл 25-процентного раствора аммиака и 50 мл воды и осадить гидрат окиси железа добавлением раствора аммиака. Раствор отфильтровать через неплотный фильтр. Осадок на фильтре промыть горячей водой, перенести фильтр с осадком в колбу, где велось осаждение, растворить горячей серной кислотой и промыть пять-шесть раз водой. Аммиаком довести величину pH полученного раствора до 3, добавить несколько кристаллов сульфосалициловой кислоты и титровать 0,1 н раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в желтую.

Содержание примеси железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ T\ K \cdot 1000}{m} \qquad (11$$

где **а** – объем 0,1 н раствора трилона Б, затраченный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора трилона Б по железу (теоретический титр 0,002792), г/мл;
К – коэффициент нормальности 0,1 н раствора трилона Б;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

12. Определение содержания железа фотоколориметрическим методом

Реактивы

Ангидрид хромовый, 30-процентный раствор
Кислота сульфосалициловая, 10-процентный раствор
Кислота серная (плотность 1,84)

Стандартный раствор железа 0,1 мг/мл (приготовить из железоаммонийных квасцов навеску 0,8634 г, растворить ее в воде, добавить 5 мл серной кислоты, перевести в колбу вместимостью 1000 мл, довести водой до метки, определить титр гравиметрическим методом

К 50 мл раствора добавить 1 г хлористого аммония, нагреть, осадить железо аммиаком. Гидроокись железа отфильтровать через фильтр, промыть осадок горячей водой с небольшим количеством аммиака (1-2 %), осадок прокалить во взвешенных тиглях при температуре 800 °С, охладить, взвесить, определить содержание железа в 1 мл раствора, приготовить раствор с содержанием железа 0,1 мг в 1 мл)

Ход анализа

1 мл испытуемого раствора отобрать в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести до метки водой, отобрать по 5 мл раствора в две мерные колбы вместимостью 100 мл. В одну из колб прилить 10 мл сульфосалициловой кислоты, оба раствора довести водой до метки, перемешать и определить оптическую плотность испытуемого раствора за вычетом оптической плотности фона (раствор без добавления сульфосалициловой кислоты).

Содержание железа определить по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. 1 мл раствора хромового ангидрида отобрать в колбу вместимостью 1000 мл, довести водой до метки. В 5-7 мерных колб вместимостью 100 мл отобрать по 5 мл разведенного хромового ангидрида и добавлять стандартный раствор железа. В каждую колбу прилить 10 мл сульфосалициловой кислоты, довести водой до метки и замерить оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. Учесть оптическую плотность фона (в одну колбу стандартный раствор железа не добавлять).

ПРИЛОЖЕНИЕ 49
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ОЛОВЯНИРОВАНИЯ

1. Определение содержания закисного сернокислого олова объемным йодометрическим методом

Реактивы

Йод, 0,1 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Крахмал растворимый, индикатор, 0,5-процентный водный раствор
Мрамор или натрий двууглекислый, соль

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 20 мл соляной кислоты, 50 мл воды, добавить 0,5-1,0 г двууглекислого натрия или кусочек мрамора и титровать полученный раствор в среде углекислого газа 0,1 н раствором йода в присутствии крахмала до устойчивой синей окраски.

Содержание закисного сернокислого олова в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1{,}81 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора йода, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора йода по олову (теоретический титр 0,005933), г/мл;
1,81 – коэффициент пересчета с олова на закисное сернокислое олово;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания закисного сернокислого олова трилонометрическим методом

Реактивы

Натрий двууглекислый, соль
Кислота винная, 20-процентный раствор
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Ксиленоловый оранжевый, индикатор
Натрий уксуснокислый, 40-процентный раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

В коническую колбу налить 5 мл соляной кислоты, 2 мл раствора винной кислоты, 20-30 мл воды, 1,5-2,0 г двууглекислого натрия, перемешать и прибавить 2 мл испытуемого раствора, добавить 0,05 г ксиленолового оранжевого и медленно при перемешивании приливать раствор уксуснокислого натрия до перехода желтой окраски раствора в ярко-малиновую (величина pH 2-3), затем оттитровать двухвалентное олово 0,1 н раствором трилона Б до устойчивой желтой окраски.

Содержание закисного сернокислого олова Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1{,}81 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по олову (теоретический титр 0,00593), г/мл;
1,81 – коэффициент пересчета с олова на закисное сернокислое олово;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания общего количества олова объемным йодометрическим методом

Реактивы

Йод, 0,1 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Крахмал растворимый, индикатор
Мрамор
Натрий двууглекислый, насыщенный раствор и соль
Цинк металлический без мышьяка

Ход анализа

Электролит развести в мерной колбе, в которую предварительно прилить 5-6 мл соляной кислоты и донести водой до метки. Из мерной колбы отобрать в коническую колбу вместимостью 250 мл аликвотную часть раствора, содержащую 1-2 мл электролита, прилить 30 мл соляной кислоты, 30 мл воды и добавить 1-2 г цинка. Закрыть колбу пробкой с предохранительной воронкой, наполненной насыщенным раствором двууглекислого натрия, и нагревать до полного восстановления олова. По окончании восстановления (определить по прекращению выделения водорода) раствор нагреть до кипения и кипятить до полного растворения

олова и остатка металлического цинка. Восстановленный раствор охладить на воздухе, а затем проточной водой. Удалить предохранительную воронку, добавить в раствор 0,5-1,0 г двуглекислого натрия или кусочек мрамора и титровать полученный раствор в среде углекислого газа 0,1 н раствором йода в присутствии крахмала до устойчивой синей окраски.

Содержание олова Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора йода, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора йода по олову (теоретический титр 0,00593), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания олова объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Ксиленоловый оранжевый, индикатор
Натрий уксуснокислый, 40-процентный раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Уротропин, 20-процентный раствор
Цинк уксуснокислый, 0,1 н раствор

Ход анализа

В коническую колбу налить 5 мл соляной кислоты, 2 мл анализируемого раствора и 0,1 н раствора трилона Б (в полтора-два раза больше количества, израсходованного на титрование двухвалентного олова, по п. 2 настоящего приложения), добавить 100-150 мл воды, нагреть до кипения, выдержать при слабом кипении 2-3 мин, охладить, при перемешивании добавить раствор уксуснокислого натрия до величины pH 5, которую установить по индикаторной бумаге Конго (цвет бумаги сиреневый), прилить 5-15 мл раствора уротропина (pH 5,5), 0,5 г ксиленолового оранжевого и титровать избыток трилона Б раствором уксуснокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в малиновую.

Содержание общего количества олова Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе при определении, мл;
b – объем 0,1 н раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, мл;
ℓ – соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по олову (теоретический титр 0,00593), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание четырехвалентного олова Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{[a\,(c\ell + a_1)]\,T \cdot 2{,}26 \cdot 1000}{m} \qquad (5)$$

где **a** – объем трилона Б, добавленный к пробе, мл;
c – объем уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, мл;

ℓ – соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;
a_1 – количество трилона Б, израсходованное на титрование двухвалентного олова (см. п. 2 настоящего приложения), мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по олову, г/мл;
2,26 – коэффициент пересчета с олова на окисное сернокислое олово;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания свободной серной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Метиловый красный, индикатор
Натр едкий, 0,5 н раствор
Натрий щавелевокислый, насыщенный раствор

Ход анализа

К 5 мл электролита прибавить 20 мл раствора щавелевонислого натрия, дать отстояться 10-15 мин, к раствору прилить 50 мл воды, три-четыре капли метилового красного и титровать полученный раствор 0,5 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую. Если окраска раствора в процессе титрования исчезла, прилить еще три-пять капель метилового красного и титрование продолжать.

Содержание свободной серной кислоты в электролите рассчитывать по формуле (3), приведенной в справочном приложении 45.

6. Определение сернокислого натрия объемным методом с применением хлористого бария в присутствии индикатора ализарина S

Производить в соответствии с п. 5 справочного приложения 47. Для анализа взять 0,5 мл электролита.

Общее содержание сульфат-ионов Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m},$$

где a – объем 0,1 н раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора хлористого бария по сульфат-иону (теоретический титр 0,00048), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание сернокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = H_4 - (H_1 \cdot 0{,}98 + H_2 \cdot 0{,}447 + H_3 \cdot 0{,}309) \cdot 3{,}35,$$

где H_4 – содержание общего количества сульфат-ионов в электролите, г/л;
H_1 – содержание свободной серной кислоты в электролите, г/л;
H_2 – содержание закисного сернокислого олова в электролите, г/л;
H_3 – содержание окисного сернокислого олова в электролите, г/л;
0,98 – коэффициент пересчета с серной кислоты на сульфат-ион;
0,447 – коэффициент пересчета с сернокислого закисного олова на сульфат-ион;
0,309 – коэффициент пересчета с сернокислого окисного олова на сульфат-ион;
3,35 – коэффициент пересчета с сульфат-ионов на сернокислый натрий.

7. Определение содержания свободного едкого натра объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,1 н раствор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 25 мл воды и 25 мл раствора хлористого бария, тщательно перемешать и дать осадку отстояться. Раствор отфильтровать, промыть несколько раз горячей водой, фильтрат охладить и титровать 0,1 н раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски.

Содержание свободного едкого натра в электролите рассчитывать по формуле (5), приведенной в справочном приложении 36.

8. Определение содержания углекислого натрия объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,1 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

5 мл электролита разбавить водой до 100 мл, прилить три-четыре капли фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски, добавить одну-две капли метилового оранжевого и титровать раствор 0,1 н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в розовую.

Содержание углекислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{2a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (8)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с метиловым оранжевым, мл;

T – титр 0,1 н раствора соляной кислоты по углекислому натрию (теоретический титр 0,0053), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

9. Определение содержания количества свободного пирофосфата калия объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,5 н раствор
Калий пирофосфорнокислый (стандартный раствор, содержащий 200 г пирофосфата калия в 500 мл воды)

Индикатор смешанный (сухие индикаторы метилового оранжевого и метиленового голубого смешивают в соотношении 10:7 и приготавливают 0,1-процентный спиртовой раствор)

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл отобрать 2 мл электролита, прилить 80-100 мл воды, шесть-семь капель смешанного индикатора и титровать 0,5 н раствором соляной кислоты до перехода зеленой окраски в фиолетовую.

Содержание свободного пирофосфата калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}0961 \cdot 1000}{m}, \qquad (9$$

где **a** – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
0,0961 – теоретический титр 0,5 н раствора соляной кислоты по пирофосфорнокислому калию;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Общее содержание пирофосфата калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = H_1 + a \cdot 1{,}62 + b \cdot 9{,}72 \qquad (1$$

где H_1 – содержание свободного пирофосфата, г/л;
a – количество двухвалентного олова в электролите, г/л;
1,62 – коэффициент расчета количества пирофосфата, связанного в комплекс двухвалентным оловом (в соотношении 1:1);
b – количество четырехвалентного олова в электролите, г/л;
9,72 – коэффициент расчета пирофосфата, связанного в комплекс с четырехвалентным оловом (в соотношении 3:1)

10. Определение общего содержания пирофосфата калия фотоколориметрическим методом

Реактивы

Кислота серная, разбавленная в соотношении 1:1
Кислота азотная (плотность 1,41)
Калий марганцовокислый, 4-процентный раствор
Железо сернокислое, 1 М раствор (278,03 г/л)
Натрий сернистокислый, 20-процентный раствор
Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота соляная (плотность 1,07)

Аммоний молибденовокислый, 5-процентный раствор перекристаллизованной соли (250 г молибденовокислого аммония растворить в 400 мл воды при температуре 80 °С. Мутный раствор отфильтровать, фильтрат охладить до комнатной температуры и при перемешивании добавить 300 мл этилового спирта. Смеси дать отстояться 1 ч. Перекристаллизованный молибденовокислый аммоний фильтровать, промыть на фильтра два-три раза этиловым спиртом и высушить)

Стандартный раствор пирофосфата калия (288,25 г пирофосфата калия растворить в мерной колбе вместимостью 500 мл)

Ход анализа

Для предварительного меднения электродов Фишера отобрать 5 мл раствора (125,0 г/л сернокислой меди, 50 г/л серной кислоты, 50 мл этилового спирта), приготовленного для этой цели, подкислить азотной кислотой, разбавить водой и после полного погружения электродов, подвергнуть электролизу. Для определения олова отобрать 2 мл электролита в стакан вместимостью 250 мл, подкислить 15 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, разбавить водой до 150 мл, погрузить в раствор электроды Фишера и подвергать электролизу до полного осаждения олова на катоде. Раствор после электролиза перенести в мерную колбу вместимостью 500 мл, довести водой до метки. Для дальнейшего определения пирофосфата в колбу вместимостью 100 мл отобрать пипеткой 1 мл электролита, добавить 10 мл воды и 10 мл концентрированной азотной кислоты и кипятить 15-25 мин, добавить 1 мл 1 М раствора сернокислого железа и снова кипятить до полного выделения окислов азота. К анализируемой пробе добавить 3,5 мл 4-процентного раствора марганцовокислого калия и кипятить до выпадения осадка двуокиси марганца. Без охлаждения пробы добавить 3,0 мл раствора сернистокислого натрия для растворения осадка. Раствор кипятить до полного выделения окислов азота, охладить, добавить аммиак до образования гидроокиси железа. Образовавшийся осадок растворить несколькими каплями соляной кислоты (плотность 1,07), добавить 2 мл соляной кислоты и 12 мл 20-процентного раствора сернокислого натрия и кипятить до исчезновения мелких пузырьков. Анализируемый раствор после кипячения должен быть бесцветным или светло-желтым. Раствор охладить, добавить 12 мл соляной кислоты (плотность 1,07) и 11 мл 5-процентного молибденовокислого аммония, довести водой до метки и при красном фильтре фотоколориметра определить оптическую плотность электролита. По показаниям фотоколориметра по графику определить содержание фосфора.

11. Определение содержания солянокислого гидразина йодометрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19)

Крахмал растворимый, 1-процентный раствор

Йод, 0,1 н раствор, приготовленный из фиксанала

Натрий едкий, 40-процентный раствор

Стандартный раствор (40 г солянокислого гидразина растворить в мерной колбе вместимостью 1000 мл)

Тиосульфат натрия 0,2 н титрованный раствор (приготовленный из фиксанала)

Кислота серная, разбавленная в соотношении 1:1

Калий марганцовокислый, 0,2 н раствор (титры раствора установить по стандартному раствору солянокислого гидразина. В колбу вместимостью 250 мл отобрать пипеткой 1 мл стандартного раствора солянокислого гидразина, добавить 50-80 мл воды, 40-процентный раствор щелочи, добавить определенное количество 0,2 н марганцовокислого калия, закрыть колбу крышкой и оставить в темноте на 1 ч, добавить 1 г йодистого калия и продолжать определение титра 0,2 н марганцовокислым калием подкислением и последующим титрованием 0,2 н тиосульфатом натрия, как указано в ходе анализа.

Титр 0,2 н марганцовокислого калия рассчитывать по формуле

$$T = \frac{A}{(a - b)\,c}, \qquad (12)$$

где **A** – содержание солянокислого гидразина в растворе (1 мл), взятое для установления титра (0,640 г);

a – объем 0,2 н раствора марганцовокислого калия, добавленный к анализируемой пробе, мл;

b – объем 0,2 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода, мл;

c – коэффициент соотношения 0,2 н марганцовокислого калия и 0,2 н тиосульфата натрия **c** рассчитывается по формуле

$$c = \frac{d}{e}, \qquad (13)$$

где **d** – объем 0,2 н раствора марганцовокислого калия **d** = 10 мл;

e – объем 0,2 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 0,2 н марганцовокислого калия, мл).

Ход анализа

В колбу вместимостью 250 мл отобрать пипеткой 1 мл электролита, добавить 10 мл соляной кислоты (плотность 1,19), количество 0,1 н раствора йода, взятое на титрование двухвалентного олова. Раствор подщелочить 40-процентным раствором щелочи (до растворения образовавшегося осадка гидрата окиси олова), добавить из бюретки при перемешивании 10 мл 0,2 н раствора марганцовокислого калия, закрыть колбу крышкой и поставить в темное место на 1 ч. Затем анализируемую пробу осторожно подкислить серной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1. Выделившееся количество йода, эквивалентное избытку марганцовокислого калия, титровать 0,2 н раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора.

Содержание солянокислого гидразина Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\, c\, T \cdot 1000}{m}, \qquad (14)$$

где **a** – объем 0,2 н раствора марганцовокислого калия, добавленный к анализируемой пробе, мл;

b – объем 0,2 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода, мл;

c – коэффициент соотношения между растворами марганцовокислого калия и тиосульфата натрия;

T – титр 0,2 н раствора марганцовокислого калия по солянокислому гидразину;

m – объем электролита, взятый для анализа, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-ВИСМУТ

1. Определение содержания общего и закисного сернокислого олова объемным йодометрическим методом

Производить в соответствии с разделами 1-4 справочного приложения 49. Для определения содержания олова в электролите блестящего покрытия необходимо удалить формалин. Для этого к 5 мл электролита прилить 75-100 мл воды и кипятить раствор до удаления формалина и далее продолжить определение в соответствии с разделом 1 справочного приложения 49.

2. Определение содержания свободной серной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Производить в соответствии с разделом 5 справочного приложения 49.

3. Определение содержания азотнокислого (сернокислого) висмута колориметрическим методом

Производить визуально или с применением фотоколориметра.

Реактивы

Калий йодистый, 20-процентный раствор
Кислота азотная (плотность 1,41), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношения 1:1
Натрий фтористый, 4-процентный раствор
Тиомочевина, 10-процентный раствор
Водорода перекись, 30-процентный раствор
Стандартный раствор висмута (0,1 г для визуального метода и 0,3 г для фотоколориметрического метода растворить в 50 мл азотной кислоты при нагревании до полного растворения висмута. Раствор охладить, перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать; 1 мл стандартного раствора содержит 0,0001 или 0,0003 г висмута)

Ход анализа (визуальный метод)

В мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 мл отобрать из микробюретки 0,2-0,5 мл электролита (в зависимости от содержания азотнокислого висмута в электролите), прилить 15 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 5 мл раствора тиомочевины, 5 мл раствора йодистого калия, 3 мл раствора фтористого натрия (после каждого добавления раствор перемешивать), довести водой до 50 мл, закрыть цилиндр пробкой и хорошо перемешать. Окраску раствора сравнить с окраской раствора, который содержит те же количества воды, соляной кислоты, тиомочевины, йодистого калия, фтористого натрия и к которому по каплям из микробюретки при перемешивании добавляют стандартный раствор висмута до окрашивания, одинакового с окрашиванием анализируемого раствора.

Содержание азотнокислого или сернокислого висмута в электролите Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot c \cdot K \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем стандартного раствора висмута, израсходованный на уравнивание окраски, мл;
c – содержание висмута в 1 мл стандартного раствора, г;
K – коэффициент пересчета с висмута на сернокислый висмут (равен 1,818) и на азотнокислый (равен 2,321);
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл прилить из микробюретки 0,65; 1; 2; 3; 4; 5 мл стандартного раствора висмута. Затем в каждую колбу добавить 20 мл воды, 10 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 5 мл

раствора тиомочевины, 5 мл раствора йодистого калия, 3 мл раствора фтористого натрия (после каждого добавления растворы в колбах перемешивать), растворы довести водой до метки и вновь перемешать. Через 15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме стандартного раствора на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности окрашенных растворов, а на оси абсцисс количество висмута в микрограммах или граммах.

Ход анализа
(фотоколориметрический метод)

В мерную колбу вместимостью 100 мл отобрать аликвотную часть раствора, содержащую 1-3 мл электролита, в зависимости от содержания азотнокислого (сернокислого) висмута в электролите прилить 10 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 10 мл воды, 5 мл раствора тиомочевины, 5 мл раствора йодистого калия, 3 мл раствора фтористого натрия, 0,5 мл вещества ОС-20 (после каждого добавления раствор перемешивать). Через 15 мин измерить оптическую плотность окрашенного раствора относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме анализируемого электролита, на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Содержание азотнокислого или сернокислого висмута Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,K \cdot 1000}{m} \qquad (2$$

где **а** – количество висмута, найденное по калибровочному графику, г;
К – коэффициент пересчета с висмута на азотнокислый висмут (равен 2,321) и на сернокислый (равен 1,818);
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

При анализе сплава к навеске 0,1 г взвешенной с точностью до 0,0002 г, прилить 20 мл соляной кислоты (плотность 1,19) и 5 мл раствора перекиси водорода и осторожно нагревать до растворения навески. Раствор выпарить примерно до 10 мл, перелить в цилиндр для колориметрирования и закончить анализ, как указано для электролита.

Содержание висмута Н в сплаве в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,c \cdot 100}{m}, \qquad (1$$

где **а** – объем стандартного раствора висмута, израсходованный на уравнивание окраски, мл;
с – содержание висмута в 1 мл стандартного раствора, г;
m – навеска сплава, взятая на анализ, г.

4. Определение содержания формальдегида сульфитйодометрическим методом

Реактивы

Йод, 0,1 н раствор
Крахмал, индикатор, 0,5-процентный раствор
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Натрий двууглекислый, насыщенный раствор
Натр едкий, 20-процентный раствор
Натрий сернистокислый, соль

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, добавить раствор едкого натра до величины pH 12, добавить 10 мл раствора двууглекислого натрия и 0,5 г сернистокислого натрия. Через 5 мин ввести пять капель метилового красного и полученную смесь при перемешивании подкислить раствором соляной кислоты до розового окрашивания. К подкисленному раствору добавить 0,5-1,0 мл раствора крахмала и избыток сернистокислого натрия удалять титрованием 0,1 н раствором йода до синего окрашивания. Затем к раствору добавить 10 мл раствора двууглекислого натрия и освобожденное, эквивалентное формальдегиду количество сернистокислого натрия титровать 0,1 н раствором йода до устойчивой синей окраски.

Содержание формальдегида Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора йода, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора йода по формальдегиду (теоретический титр 0,0015), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл;

5. Определение содержания меди фотоколориметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 1 н раствор
Кислота аскорбиновая
Кислота ортофосфорная (плотность 1,7)
Пикрамин-эпсилон

Ход анализа

Разбавить 5 мл электролита в мерной колбе до 250 мл водой. Отобрать 0,5 мл в мерную колбу вместимостью 25 мл, прибавить 2 мл соляной кислоты, 40 мг аскорбиновой кислоты, 1 мл фосфорной кислоты. Через 5 мин добавить 2 мл пикрамина-эпсилон (раствор становится оранжево-красным), довести водой до метки и через 10 мин измерить оптическую плотность раствора относительно холостой пробы на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 20 мм. Холостую пробу электролита, не содержащую медь, объемом 5 мл разбавленной в мерной колбе вместимостью 250 мл, проводить через все стадии анализа испытуемой пробы. Концентрацию меди определить по калибровочному графику, построенному по эталонным растворам состава, г/л:

Олово сернокислое	50
Кислота серная	110
Натрий хлористый	0,3-0,8
Препарат ОС-20	4-5
Висмут азотнокислый	1-1,5
Медь	0,05; 1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,5; 1,0

Реактивы

Кислота лимонная, 20-процентный раствор
Натр едкий, 25-процентный раствор
Натрия сульфид, 3-процентный раствор
Нитрат аммония, 2-процентный раствор
Кислота азотная, разбавленная 1:1
Кислота серная (плотность 1,84)
Аммиак водный, 25-процентный раствор
Натрия диэтилдитиокарбамат, 0,5-процентный раствор
Желатина, 0,5-процентный раствор
Аммоний хлористый

Стандартный раствор меди (Раствор А: 1 г меди растворить при нагревании в 20 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, кипятить до удаления окислов азота, охладить, перенести в мерную колбу вместимостью 1 л. 1 мл соответствует 0,001 г меди. Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 мл отобрать 5 мл раствора А, довести водой до метки. 1 мл полученного раствора соответствует 0,01 мг меди. Раствор Б готовят перед употреблением)

Ход анализа

В стакан вместимостью 250 мл или 300 мл отобрать 100 мл электролита, добавить 15 мл кислоты, 100 мл воды и нейтрализовать 25-процентным раствором едкого натра до щелочной реакции. Добавить еще 8,5 мл едкого натра, нагреть до температуры 80 °С и осадить сульфиды 3-процентным раствором сульфида натрия. Раствор с осадком оставить на 30 мин в теплом месте и отфильтровать. Осадок промыть 2-процентным раствором нитрата аммония и растворить на фильтре 20 мл горячей азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, наливая раствор порциями. Фильтр промыть несколько раз 2-процентным раствором азотной кислоты. Азотнокислый раствор кипятить до удаления запаха сероводорода, добавить 5 мл серной кислоты и выпаривать до паров серного ангидрида. Добавить 50 мл воды (в присутствии свинца должен выпасть белый осадок), 2-3 г хлористого аммония, довести до кипения и осадить железо раствором аммиака. Вместе с гидратами железа выпадает белый осадок гидрата окиси висмута. Раствор с осадком перевести в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести водой до метки, отфильтровать часть раствора. Отобрать 10 мл фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 мл, прилить 2 мл лимонной кислоты, 5 мл раствора желатины, 8-10 мл раствора аммиака, 2 мл диэтилдитиокарбамата. Содержание меди находят по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 50 мл отобрать 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 мл стандартного раствора меди Б. Затем прилить по 2 мл лимонной кислоты, 5 мл раствора желатины, 8-10 мл раствора аммиака, 2 мл диэтилдитиокарбамата натрия, довести водой до метки, перемешать и через 5 мин замерить оптическую плотность относительно воды. Одновременно ввести холостую пробу, содержащую все реактивы, кроме диэтилдитиокарбамата натрия. Замеры проводить на фотоколориметре в кювете с толщиной слоя 20 мм с зеленым светофильтром. Оптическую плотность холостого раствора вычесть из оптических плотностей испытуемых растворов. По полученным данным строить калибровочную кривую.

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \qquad (5)$$

где **а** – содержание меди, найденное по графику, г;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания продукта ДДДМ фотоколориметрическим методом

Реактивы

4-диметиламинобензальдегид, 10 г/л
Спирт изопропиловый, разбавленный в соотношении 1:1

Ход анализа

Анализируемый электролит разбавить в десять раз. Через 15-20 мин отфильтровать образовавшийся осадок. 5 мл фильтрата поместить в мерную колбу вместимостью 50 мл, довести раствором 4-диметиламинобензальдегида (растворитель - смесь изопропиленового спирта с водой в соотношении 1:1) и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность на фотоколориметре с синим светофильтром. В качестве раствора сравнения применяют раствор 4-диметиламинобензальдегида.

Содержание продукта ДДДМ в электролите определять по калибровочному графику, для построения которого применяют свежеприготовленный электролит с содержанием продукта ДДДМ 1 г/л.

7. Определение содержания продукта ДДДМ методом диазотирования

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный
Аммоний азотнокислый, соль и 2-процентный раствор
Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1-процентный водный раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Натрия нитрит, 0,1-процентный раствор
Калий бромистый
Вода

Ход анализа

В стакан вместимостью 100 мл отобрать 5 мл электролита, довести водой до 50 мл, нейтрализовать раствором аммиака, взятого в соотношении 1:1 по метиловому оранжевому, добавить 10-15 г азотнокислого аммония и нагревать при температуре, близкой к температуре кипения, до осветления раствора над осадком метаоловянной кислоты. Раствор поставить на 2-3 ч, отфильтровать в стакан вместимостью 100 мл. Промыть осадок четыре-пять раз 2-процентным раствором азотнокислого аммония, фильтрат использовать для определения продукта ДДДМ, для чего к пробе фильтрата прибавить 10 мл соляной кислоты и нагреть ее до 50 °С. В раствор ввести 2 г бромистого калия и титровать 0,1 н раствором нитрита в присутствии индикатора метилового оранжевого до перехода розовой окраски раствора в желтую.

Содержание продукта ДДДМ Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{0{,}0129 \cdot a\,K \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где 0,0129 – количество продукта ДДДМ, эквивалентное 1 мл 0,1 н раствора нитрита натрия;
а – объем 0,1-процентного раствора нитрита натрия, взятый на титрование, мл;
К – поправочный коэффициент;
m – объем электролита, взятый на титрование, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 51
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-СВИНЕЦ

1. Определение содержания олова

Производить в соответствии со справочным приложением 49.

2. Определение содержания свинца трилонометрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Ксиленоловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 20-процентный раствор
Калий-натрий виннокислый, 20-процентный раствор
Водорода перекись, 30-процентный раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Уротропин, 20-процентный раствор

Ход анализа

К 5 мл электролита добавить 15 мл соляной кислоты (плотность 1,19) и 5 мл раствора перекиси водорода. Раствор упарить до объема 5-10 мл, добавить 50 мл воды, прокипятить, охладить и добавить 10 мл раствора виннокислого калия-натрия, 0,05 г ксиленового оранжевого и нейтрализовать раствором едкого натра до перехода желтой окраски раствора в красно-малиновую (величина pH 2-3), затем в раствор добавить 10 мл раствора уротропина, при этом величина pH раствора должна быть равной 5, и титровать 0,1 н раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

Содержание свинца Н в граммах на литр в электролите рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где а – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора трилона Б по свинцу (теоретический титр 0,01036), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

При анализе сплава к навеске 0,1 г, взвешенной с точностью до 0,0002 г, прилить 20 мл солянной кислоты (плотность 1,19) и 10 мл раствора перекиси водорода и при осторожном нагревании выпаривать раствор до 1-2 мл, прилить 10 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, добавить 50 мл воды, нагревать раствор до растворения осадка и продолжать определение, как в электролите.

Содержание свинца в сплаве в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по свинцу (теоретический титр 0,01036), г/мл;
m – навеска сплава, взятая на анализ, мг.

3. Определение содержания свободной борфтористоводородной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Натр едкий, 0,5 н раствор
Метиловый фиолетовый, индикатор

Ход анализа

5 мл электролита отобрать в коническую колбу, добавить 50–70 мл воды, две-три капли метилового фиолетового и полученный раствор титровать 0,5 н раствором едкого натра до перехода голубой окраски раствора в фиолетовую.

Содержание свободной борфтористоводородной кислоты в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,5 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,5 н раствора едкого натра по борфтористоводородной кислоте (теоретический титр 0,04394), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания борной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Аммоний надсернокислый, соль
Натр едкий, 0,1 н и 20-процентный растворы
Натрий щавелевокислый, насыщенный раствор
Раствор инвертного сахара
Фенолфталеин, индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор
Кислота соляная, разбавленная в соотношении 1:1

Ход анализа

10 мл электролита отобрать в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавить 1–2 г надсернокислого аммония и нагревать раствор до полного разрушения гидрохинона (раствор с осадком становится белого цвета). После охлаждения раствора добавить несколько капель фенолфталеина и 20-процентный раствор едкого натра (добавить по розовой окраски раствора).

Мерную колбу довести водой до метки, раствор отфильтровать в сухую колбу через плотный сухой фильтр. Отобрать 20 мл фильтрата и нейтрализовать соляной кислотой до исчезновения окраски, добавить 20 мл щавелевокислого натрия, оставить стоять на 10-15 мин и нейтрализовать 0,1 н раствором едкого натра. В раствор добавить 20 мл нейтрализованного инвертного сахара (глицерина или маннита) и титровать 0,1 н раствором едкого натра до розового окрашивания.

Содержание борной кислоты рассчитывать по формуле, приведенной в разделе 3 справочного приложения 47.

Теоретический титр 0,1 н раствора едкого натра по борной кислоте 0,006183 г/мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 52
Справочное

АНАЛИЗ ЦИАНИСТОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА МЕДЬ-ЦИНК

1. Определение содержания меди и цинка объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммоний надсернокислый, соль
Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кислота аскорбиновая
Мурексид, индикатор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор

Ход анализа

К 25 мл электролита прибавить 3-4 г надсернокислого аммония и нагревать до прекращения выделения углекислого газа. Добавить к раствору 50-75 мл воды и нагревать до растворения солей, охладить. Раствор перелить в мерную колбу вместимостью 250 мл, довести водой до метки и перемешать. В аликвотной части раствора, содержащей 5 мл электролита, определить общее содержание меди и цинка. Для этого к раствору прилить раствор аммиака (приливать до появления запаха), прибавить 0,3-0,5 г мурексида и титровать 0,1 н раствором трилона Б до появления малиново-фиолетовой окраски. В другой аликвотной части раствора, содержащей 5 мл электролита, определить содержание цинка. Для этого к раствору прилить 20 мл воды, раствор аммиака (приливать до появления запаха), добавить небольшими порциями аскорбиновую кислоту (добавлять до исчезновения голубой окраски раствора, примерно 0,3-0,5 г хромогена черного и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

Содержание цианистой меди Н в электролите в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\,T \cdot 1{,}409 \cdot 1000}{m},$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка и меди, мл;
b – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, мл;
T – титр 0,1 н раствора Б по меди (теоретический титр 0,003177), г/мл;
1,409 – коэффициент пересчета с меди на цианистую медь;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание окиси цинка в электролите рассчитывать по формуле (1) справочного приложения 36.

Определение содержания меди в сплаве. Навеску 0,2 г или взвешенный с точностью до 0,0002 г контрольный образец поместить в стакан и приливать порциями азотную кислоту (плотность 1,41) до полного растворения сплава. К раствору приливать 25-процентный раствор аммиака до появления запаха (в случае выпадения осадка гидратов окиси железа его коагулировать кипячением в течение 1-2 мин, дать отстояться и отфильтровать осадок).

К аммиачному раствору или фильтрату после отделения гидратов окиси железа приливать серную кислоту, разбавленную в соотношении 1:5, до перехода синей окраски раствора в зеленую, перелить в мерную колбу вместимостью 100 мл и довести водой до метки. Отобрать 20-25 мл раствора в колбу вместимостью 250 мл, прилить 10 мл раствора Брунса и титровать 0,1 н раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала до исчезновения синей окраски раствора.

Содержание меди в сплаве Н в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 100 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, взятый на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по меди (теоретический титр 0,006354), г/мл;
m – навеска сплава, г.

Определение содержания цинка в сплаве

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Диметилглиоксим, 0,5-процентный раствор

Метиловый красный (1 г метилового красного растворить в 100 мл 50-процентного спирта)

Натрий серноватистокислый, 20-процентный раствор

Трилон Б, 0,1 н раствор

Стандартный раствор цинка (4 г металлического цинка, взвешенного с точностью до 0,0002 г, растворить в 200 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, при нагревании, довести до 1 л водой. 20 мл стандартного раствора отобрать в колбу, прилить 80 мл воды, прибавить 0,5 г хромогена черного и титровать 0,1 н раствора трилона Б до перехода окраски раствора в винно-красную. Соотношение между 0,1 н раствором трилона Б и стандартным раствором цинка рассчитывать по формуле

$$K = \frac{a}{b}, \qquad (3)$$

где **a** – количество 0,1 н раствора трилона Б, мл;
b – количество стандартного раствора цинка, израсходованное на титрование, мл.

Хромоген черный ЕТ (0,1 н хромогена черного растереть с 30 г хлористого натрия)

Ход анализа

0,2 г сплава или взвешенный с точностью до 0,0002 г контрольный образец растворять в 20-25 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, при нагревании до полного растворения сплава, прибавляя по каплям азотную кислоту. К полученному раствору прилить

50 мл 20-процентного раствора сернистокислого натрия и нагревать, не доводя до кипения. Осадок сернистой меди отфильтровать, промыть в мерную колбу вместимостью 200 мл, довести водой до метки. Отобрать 20 мл раствора в коническую колбу, добавить две-три капли метилового красного, нейтрализовать 25-процентным раствором аммиака с избытком в 5 мл. При необходимости отделить железо или никель в виде гидрата окиси железа и в виде диметилглиоксимата никеля. К полученному раствору прибавить 0,5 г хромогена черного, 0,1 н раствора трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю и еще 4-5 мл и титровать стандартным раствором цинка до перехода синей окраски в винно-красную.

Содержание цинка в сплаве Н в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - bK)\,T \cdot 200 \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где
- a – объем 0,1 н раствора трилона Б, прибавленный к пробе, мл;
- b – объем стандартного раствора цинка, израсходованный на титрование, мл;
- K – соотношение между 0,1 н раствором трилона Б и стандартным раствором цинка;
- T – титр 0,1 н раствора трилона Б по цинку (теоретический титр 0,00327), г/мл;
- m – навеска сплава, г.

2. Определение содержания цианистого натрия с применением сульфета никеля и мурексида или сульфарсазеном

Производить в соответствии с разделами 2, 3 справочного приложения 36.

3. Определение содержания сернистокислого натрия объемным йодометрическим методом

Реактивы

Йод, 0,1 н раствор
Крахмал растворимый, индикатор,
0,5-процентный водный раствор
Кислота серная, 10-процентный раствор
Натрий сернистокислый, 0,1 н раствор

Ход анализа

В колбу вместимостью 250 мл прилить 25 мл раствора йода, 5 мл раствора серной кислоты и 10 мл электролита, перемешать и избыток йода титровать 0,1 н раствором сернистокислого натрия в присутствии крахмала (последний добавлять в конце титрования до исчезновения синей окраски).

Содержание сернистокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\,T \cdot 1000}{m} \qquad (5)$$

где
- a – объем 0,1 н раствора йода, добавленный к пробе, мл;
- ℓ – соотношение между 0,1 н раствора сернистокислого натрия и йода;
- b – объем 0,1 н раствора сернистокислого натрия, израсходованный на титрование избытка йода, мл;

T - титр 0,1 н раствора сернокислого натрия по сернистокислому натрию (теоретический титр 0,0126), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания углекислого натрия объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор
Водорода перекись, 30-процентный раствор

Ход анализа

20 мл электролита разбавить водой до 50 мл, прилить 5 мл раствора перекиси водорода, закрыть колбу пробкой и поставить на 30 мин для окисления сульфитов, прибавить 20 мл раствора хлористого бария, перемешать и отстоять. Раствор с осадком отфильтровать, промыть четыре-пять раз холодной и несколько раз горячей водой. Фильтр с осадком перенести в колбу, в которой велось осаждение, прилить 50 мл воды, две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,2 н раствором соляной кислоты до розового окрашивания.

Содержание углекислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где **a** – объем соляной кислоты, взятый на титрование, мл;
T – титр 0,2 н раствора соляной кислоты по углекислому натрию (теоретический титр 0,0106), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания цианистых калия и натрия объемным трилонометрическим методом

Производить по разделу 4 справочного приложения 36.

ПРИЛОЖЕНИЕ 53
Справочное

АНАЛИЗ ПИРОФОСФОРНОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА МЕДЬ-ЦИНК

1. Определение содержания сернокислой меди и сернокислого цинка объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кислота аскорбиновая

Мурексид, индикатор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор

Ход анализа

В аликвотной части раствора, содержащей 5 мл электролита, определить общее содержание меди и цинка. Для этого к раствору прилить раствор аммиака (приливать до появления запаха), прибавить 0,3–0,5 г мурексида и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания. В другой аликвотной части раствора, содержащей 5 мл электролита, определить содержание цинка. Для этого к раствору прилить 20 мл воды, раствор аммиака (приливать до появления запаха), добавить небольшими порциями аскорбиновую кислоту (добавлять до исчезновения голубой окраски раствора), примерно 0,3–0,5 г хромогена черного и титровать полученный раствор 0,1 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски раствора в синюю.

Содержание сернокислой меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\,T \cdot 3{,}93 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование меди и цинка, мл;
b – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по меди (теоретический титр 0,003177), г/мл;
3,93 – коэффициент пересчета с меди на сернокислую медь;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание сернокислого цинка Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 4{,}41 \cdot 1000}{m}. \qquad (2)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по цинку (теоретический титр 0,00327), г/мл;
4,41 – коэффициент пересчета с цинка на сернокислый цинк;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Анализ содержания сплава производить по разделу 1 справочного приложения 52.

2. Определение содержания пирофосфорнокислого натрия объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Бромфеноловый синий, индикатор
Серная кислота (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Натр едкий, 0,1 н раствор
Цинк сернокислый, 2-процентный раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

В стакан вместимостью 100 мл отобрать 5 мл электролита, прилить 25 мл воды, подкислить содержимое несколькими каплями серной кислоты и пропустить через колонку с

катионитом СДВ-3 или другими катионитами в Н-форме со скоростью 4 мл/мин. Колонку промыть с той же скоростью водой (до нейтральной реакции по метиловому оранжевому), собирая фильтрат и промывные воды в колбу вместимостью 250 мл. Полученный фильтрат нейтрализовать по бромфеноловому синему 0,1 н раствором едкого натра до перехода желтой окраски раствора в синюю. К раствору прилить 30-40 мл раствора сернокислого цинка, предварительно нейтрализованного 0,1 н раствором едкого натра по бромфеноловому синему, при этом окраска раствора снова переходит в желтую. Выделившуюся серную кислоту титровать 0,1 н раствором едкого натра до перехода желтой окраски раствора в синюю.

Содержание пирофосфорнокислого натрия рассчитывать по формуле (2) справочного приложения 44.

3. Определение содержания щавелевой кислоты объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кальций хлористый, 10-процентный раствор
Кислота серная, 10-процентный раствор
Калий марганцовокислый, 0,5 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

В стакан вместимостью 200 мл отобрать 5 мл электролита, прилить 100 мл воды и нагреть до кипения. В горячий раствор прилить 10-20 мл раствора хлористого кальция и в присутствии метилового оранжевого полученный раствор нейтрализовать раствором аммиака до перехода окраски раствора в желтую и оставить на 2-3 ч.

Раствор отфильтровать через плотный фильтр с беззольной бумажной массой и осадок промыть холодной водой пять-восемь раз (до отрицательной реакции на ионы хлора). Фильтр с осадком перенести в стакан, в котором проводилось осаждение, прилить 100 мл горячей воды, 20 мл серной кислоты, нагреть до температуры 70-80 °С и титровать 0,05 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания.

Содержание щавелевой кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **а** – объем 0,05 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на анализ, мл;

Т – титр 0,05 н раствора марганцовокислого калия по щавелевой кислоте (теоретический титр 0,00315), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл

4. Определение содержания борной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Предварительно медь и цинк отделить на катионите.

Реактивы

Кислота соляная, 0,5 н раствор
Натр едкий, 0,1 и 0,5 н растворы
Раствор инвертного сахара

Ход анализа

В стакан вместимостью 100 мл отобрать 10 мл электролита, разбавить водой до 20-25 мл и пропустить раствор через колонку с катионитом сульфоуголь, СДВ-3 или другими катионитами в Н-форме со скоростью 10 мл/мин. Колонку и катиониты подготовить в соответствии со справочным приложением 70. Колонку промыть с той же скоростью четырепять раз порциями воды по 20 мл, собирая фильтрат и промывные воды в колбу вместимостью 250 мл. Раствор кипятить с обратным воздушным холодильником на песчаной бане 30-40 мин, охладить, нейтрализовать 0,5 н раствором, а затем 0,1 н раствором едкого натра. После этого прилить 15 мл раствора инвертного сахара (или глицерина), предварительно нейтрализованного по фенолфталеину, и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до устойчивой розовой окраски. Если от прибавления еще 5 мл инвертного сахара (или глицерина) окраска не исчезает, титрование считать законченным.

Содержание борной кислоты в граммах на литр рассчитывать по формуле (3) справочного приложения 47.

Теоретический титр 0,1 н раствора едкого натра по борной кислоте 0,006183 г/мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 54
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИАНИСТОГО И ДИЦИАНОАРГЕНТАТНОГО СЕРЕБРЕНИЯ И ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА СЕРЕБРО-СУРЬМА

1. Определение содержания серебра объемным роданидным методом

Реактивы

Калий роданистый, 0,1 н раствор
Кислота азотная (плотность 1,4)
Кислота серная (плотность 1,84)

Раствор железоаммонийных квасцов (насыщенный при нагревании водный раствор железоаммонийных квасцов охладить, отстоять и отфильтровать. В полученный желто-бурый раствор добавлять азотную кислоту до тех пор, пока его окраска не перестанет меняться), или 5-процентный нитрат железа.

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 15 мл серной кислоты, 5 мл азотной кислоты и выпаривать до исчезновения творожистого осадка, что свидетельствует о полном разрушении цианистого серебра. Раствор охладить до комнатной температуры, прилить 100 мл воды, перемешать, кипятить до полного растворения осадка сернокислого серебра и охладить. Добавить в раствор 1-2 мл раствора железоаммонийных квасцов или 5 мл нитрата железа и титровать его 0,1 н раствором роданистого калия до розового окрашивания.

Содержание серебра Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора роданистого калия, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора роданистого калия по серебру (теоретический титр 0,010787), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания свободного цианистого калия объемным методом с применением никелевой соли и мурексида

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Мурексид, индикатор
Никель сернокислый, 0,05 н раствор (приготовить в соответствии с разделом 3 справочного приложения 36)

Ход анализа

10 мл электролита разбавить водой до 50-75 мл, прилить 5 мл раствора аммиака, добавить 0,3-0,5 г мурексида и титровать полученный раствор 0,05 н раствором сернокислого никеля до перехода малиново-фиолетовой окраски раствора в желтую.

Содержание цианистого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,05 н раствора сернокислого никеля, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,05 н раствора сернокислого никеля по цианистому калию (теоретический титр 0,0065), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания цианистого калия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор.
Сульфарсазен, 0,05-процентный раствор в 0,05 н растворе буры
Трилон Б, 0,1 н раствор
Никель азотнокислый (14,54 г азотнокислого никеля растворить в 350 мл воды, фильтровать в мерную колбу вместимостью 1000 мл, довести водой до метки. Титр нитрата никеля установить по 0,1 н раствору трилона Б)

Ход анализа

Аликвотную часть электролита отобрать в коническую колбу вместимостью 250 мл, разбавить водой до 50 мл, прилить 10 мл 25-процентного раствора аммиака, избыток 0,1 н раствора нитрата никеля, 1 мл сульфарсазена и титровать 0,1 н раствором трилона Б до перехода розовой окраски в желтую.

Количество цианистого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\,K - b)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где a – объем 0,1 н раствора нитрата никеля, прибавленный к пробе, мл;
b – объем 0,1 н раствора трилона Б, взятый на титрование избытка нитрата никеля, мл;
T – титр 0,1 н раствора нитрата никеля по цианистому натрию (теоретический титр 0,0130), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания углекислого калия объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор

Ход анализа

К 5-10 мл электролита прилить 30 мл воды и 20 мл раствора хлористого бария. Раствору дать отстояться, осадок отфильтровать, промыть четыре-пять раз водой, фильтр с осадком перенести в колбу, в которой велось осаждение, прилить 50 мл воды, две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,2 н раствором соляной кислоты до розового окрашивания.

Содержание углекислого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T\,1000}{m}, \qquad (4)$$

где a – объем 0,2 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,2 н раствора соляной кислоты по углекислому калию (теоретический титр 0,0138), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания ртути гравиметрическим методом

Реактивы

Аммоний азотнокислый, 10-процентный раствор
Аммоний сернистый, 6 н раствор
Натр едкий, 0,1 н раствор
Спирт этиловый
Сероуглерод
Эфир

Ход анализа

20 мл электролита разбавить водой до 100 мл, прилить 5 мл 6 н раствора сернистого аммония и нагревать до полной коагуляции сернистых солей. Осадок сернистых солей отфильтровать и промыть горячей водой с сернистым аммонием. Промытый осадок поместить в колбу, в которой велось осаждение, прилить 100 мл 0,1 н раствора едкого натра, 1 мл 6 н раствора сернистого аммония и нагревать на водяной бане в течение 30 мин. Полученный раствор отфильтровать через тигель с пористой пластинкой № 3, осадок промыть горячей водой и в фильтрат добавить 10 мл раствора азотнокислого аммонии. Если в растворе присутствует ртуть, то образуется черный осадок сернистой ртути. В этом случае нагревать до удаления аммиака, отфильтровать через тот же фильтр, промыть последовательно водой, спиртом, сероуглеродом и эфиром, сушить при температуре 100 °С и взвесить.

Содержание ртути Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}8621 \cdot 1000}{m} \qquad (5)$$

где a – масса осадка сернистой ртути, г;

0,8621 – коэффициент пересчета с сернистой ртути на ртуть;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания роданистого калия объемным йодометрическим методом

Реактивы

Бром, насыщенный водный раствор
Калий йодистый, 30-процентный раствор
Калий роданистый, 0,1 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота ортофосфорная (плотность 1,7), разбавленная в соотношении 1:10
Крахмал растворимый, индикатор, 0,5-процентный раствор (водный)
Натрий серноватистокислый, 0,1 н раствор
Цинк металлический без мышьяка
Фенол, насыщенный водный раствор

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 20 мл соляной кислоты и осторожно выпаривать раствор до объема 3–4 мл, прилить 20 мл воды и вновь выпаривать до объема 3–4 мл. В полученный раствор прилить 20 мл воды, 5 мл соляной кислоты, прибавить 1,5–2,0 г металлического цинка и нагревать на слабом огне в течение 15–20 мин. При этом серебро восстанавливается до металлического состояния и выпадает в виде осадка серо-черного цвета. Раствор с осадком отфильтровать, промыть фильтр четыре-пять раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в колбу с притертой пробкой вместимостью 250 мл. Полученный фильтрат выпаривать до 15–20 мл, охладить, прилить 5 мл ортофосфорной кислоты, а затем при перемешивании небольшими порциями бромную воду (приливать до устойчивой желтой окраски раствора). Спустя 1–2 мин содержимое перемешать и прибавлять по каплям раствор фенола, пока полностью не исчезнет желтое окрашивание раствора. Колбу закрыть пробкой и поставить в темное место на 10–15 мин. Затем к раствору прилить 5 мл раствора йодистого калия, закрыть колбу пробкой и вновь поставить в темное место на 15–20 мин. Выделившийся

йод титровать 0,1 н раствором серноватистокислого натрия до желтого окрашивания раствора, прилить 1-2 мл раствора крахмала и продолжать титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Содержание роданистого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по роданистому калию (теоретический титр 0,004859), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

7. Определение содержания виннокислого калия-натрия по винной кислоте объемным перманганатометрическим методом

Цианистый комплекс разрушить соляной кислотой.

Реактивы

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота щавелевая, 0,1 н раствор (установить соотношение между 0,1 н растворами щавелевой кислоты и марганцовокислого калия)
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Марганец сернокислый, 10-процентный раствор
Цинк металлический

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, прилить 20 мл соляной кислоты и осторожно выпаривать раствор до 3-4 мл. В полученный раствор прилить 20 мл воды, 5 мл соляной кислоты, прибавить 1,5-2,0 г металлического цинка и нагревать содержимое на слабом огне в течение 15-20 мин. При этом серебро и сурьма восстанавливаются до металлов и выпадают в виде осадка серо-черной окраски. Раствор с осадком отфильтровать в коническую колбу вместимостью 500 мл, положив на фильтр кусочек металлического цинка, промыть стакан и фильтр несколько раз горячей водой. К фильтрату прилить 10 мл серной кислоты, 10 мл раствора сернокислого марганца, разбавить раствор горячей водой до 200-250 мл, нагреть до температуры 80-90 °С и титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей мути двуокиси марганца. Затем добавить 5 мл 0,1 н раствора щавелевой кислоты и при температуре 80-90 °С раствор вновь титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания.

Общее содержание винной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a - (c\ell - b)\,T \cdot 1000}{m}. \qquad (7)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование до образования осадка двуокиси марганца, мл;

c – объем 0,1 н раствора щавелевой кислоты, прибавленный для растворения осадка двуокиси марганца, мл;
ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и щавелевой кислоты;
b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевой кислоты, мл;
T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по винной кислоте (теоретический титр 0,002251), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание виннокислого калия-натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = (H_1 - H_2 \cdot 0{,}449) \cdot 1{,}88, \qquad (8)$$

где H_1 – общее количество винной кислоты в электролите, г/л;
H_2 – количество сурьмяновиннокислого калия в электролите, г/л;
0,449 – коэффициент пересчета с сурьмяновиннокислого калия на винную кислоту;
1,88 – коэффициент пересчета с винной кислоты на виннокислый калий-натрий;

8. Определение содержания едкого кали объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,1 н раствор
Никель сернокислый
Фенолфталеин, индикатор, 0,1-процентный водный раствор

Ход анализа

К 10 мл электролита прилить 50 мл воды, удвоенное количество 0,1 н раствора сульфата никеля, израсходованного на определение содержания свободного цианистого калия, 30 мл раствора хлористого бария, несколько капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Содержание едкого кали Н в граммах на литр рассчитать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (9)$$

где a – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора соляной кислоты по едкому кали (теоретический титр 0,0056), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

9. Определение содержания углекислого калия объемным алкалиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл отобрать 10 мл электролита, прилить 50 мл воды, 0,1 н раствор соляной кислоты в количестве, равном израсходованному на определение содержания едкого кали, прилить 20 мл раствора хлористого бария. Раствору дать отстояться, осадок углекислого бария отфильтровать и промыть четыре-пять раз водой. Фильтр с осадком перенести в колбу, в которой велось осаждение, прилить 50 мл воды, две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,2 н раствором соляной кислоты до розового окрашивания.

Содержание углекислого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (10)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора соляной кислоты по углекислому калию (теоретический титр 0,0138), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

10. Определение содержания сурьмяновиннокислого калия в электролите и сурьмы в сплаве объемным броматометрическим методом

Реактивы

Калий марганцовокислый, 0,05 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1-процентный водный раствор
Калий бромноватокислый, 0,05 н раствор

Стандартный раствор сурьмяновиннокислого калия (1,6 г сурьмяновиннокислого калия растворить в 500 мл воды. Содержание сурьмяновиннокислого калия в стандартном растворе определить следующим образом. В колбу вместимостью 250 мл отобрать 20 мл стандартного раствора, прилить 100 мл воды, 10 мл соляной кислоты и кипятить 2-3 мин. Затем раствор охладить и титровать 0,05 н раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания раствора, устойчивого в течение 30 с. Содержание сурьмяновиннокислого калия в граммах в 20 мл стандартного раствора рассчитывать по формуле $h = aT$, где **a** – количество 0,05 н раствора марганцовокислого калия, израсходованное на титрование, мл; **T** – титр 0,05 н раствора марганцовокислого калия по сурьмяновиннокислому калию (теоретический титр 0,00835), г/мл)

Ход анализа

В колбу вместимостью 250 мл отобрать 10 мл электролита, прилить 25 мл соляной кислоты и осторожно выпаривать раствор до объема 7-10 мл, прилить 20 мл воды и вновь выпаривать до объема 7-10 мл. В полученный раствор прилить 100 мл воды, 5 мл соляной кислоты и нагреть содержимое до температуры 60-70 °С. В горячий раствор прилить две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,05 н раствором бромноватокислого калия до исчезновения розовой окраски. В конце титрования добавить еще одну-две капли метилового оранжевого и титрование вести медленно, по каплям.

Содержание сурьмяновиннокислого калия в электролите Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (11)$$

де **a** – объем 0,05 н раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,05 н раствора бромноватокислого калия по сурьмяновиннокислому калию (теоретический титр 0,00835), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Определение содержании сурьмы в сплаве

Контрольный образец, взвешенный с точностью до 0,0002 г, или 0,2 г сплава помес-
ить в стакан, растворить при нагревании в 40 мл смеси (19 объемов серной кислоты,
объем азотной кислоты), выпарить до густых паров серного ангидрида. Затем раствор ох-
адить и прилить 75 мл воды, нагреть до температуры 60-70 °С, прибавить четыре-пять
апель метилового оранжевого и титровать 0,05 н раствором бромноватокислого калия до
счезновения розовой окраски (при титровании раствора, содержащего медь, – до перехода
иолетово-сиреневой окраски в голубую). В конце титрования прибавить еще одну-две капли
етилового оранжевого.

Содержание сурьмы Н в сплаве в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 100}{m}, \qquad (12)$$

де **a** – объем 0,05 н раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,05 н раствора бромноватокислого калия по сурьме (теоретический титр 0,000609), г/мл;

m – навеска сплава, г.

11. Содержание серебра в сплаве определить объемным роданидным методом по разделу 1 справочного приложения 54.

12. Определение содержания железа колориметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Кислота сульфосалициловая, 20-процентный водный раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Кислота азотная (плотность 1,4)
Натрий хлористый, 5-процентный раствор
Аммоний хлористый, соль

Стандартный раствор железа (раствор А: 0,864 г железо-аммонийных квасцов, взве-
ренных с точностью до 0,0002 г, растворить в 100-150 мл воды, подкисленной 5 мл сер-
ой кислоты (плотность 1,84), перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой
о метки и перемешать. Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 мл прилить 10 мл
створа А, довести водой до метки и перемешать. 1 мл раствора В содержит 0,00001 г
елеза)

Ход анализа

К 5-10 мл электролита прилить 15 мл серной кислоты (плотность 1,84), 5 мл азотной
ислоты и выпаривать до исчезновения творожистого осадка, что свидетельствует о полном

разрушения цианистого серебра. Раствор охладить, разбавить водой до 150 мл и кипятить до полного растворения осадка сернокислого серебра. В горячий раствор при перемешивании прибавлять раствор хлористого натрия до прекращения образования осадка. Раствор с осадком кипятить для коагуляции хлористого серебра, осадок отфильтровать, промыть горячей водой, подкисленной азотной кислотой, фильтрат и промывные воды собрать в колбу вместимостью 500 мл. В фильтрат после отделения серебра прибавить 2-3 г хлористого аммония, прилить раствор аммиака (приливать до появления запаха) и нагреть до кипения. Осадок гидратов окиси железа скоагулировать, отфильтровать, промыть горячей водой. Промытый осадок гидратов окиси железа растворить на фильтре 30-40 мл горячей серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, промыть колбу вместимостью 200 мл, охладить, довести водой до метки и перемешать. Из полученного раствора железа отобрать аликвотную часть раствора, содержащую 0,25-0,60 мл электролита. В мерную колбу вместимостью 100 мл прилить 10 мл раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака (приливать до устойчивой желтой окраски раствора), довести колбу водой до метки и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенного раствора относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме анализируемого раствора на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. Количество железа найти по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл прилить 1, 2, 3, 5, 7, 10, 15, 20 и 25 мл стандартного раствора железа Б, в каждую колбу добавить 20 мл воды, 10 мл раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака (добавлять до устойчивой желтой окраски раствора), довести колбы водой до метки и содержимое перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме стандартного раствора железа на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности окрашенных растворов, а на оси абсцисс - количество железа в граммах.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \quad (1$$

где **а** - количество железа, найденное по калибровочному графику, г;
m - объем электролита, взятый на анализ, мл.

13. Определение содержания меди йодометрическим методом

Реактивы

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1
Крахмал растворимый, индикатор, 0,5-процентный водный раствор
Натрий серноватистокислый, 0,05 н раствор

Раствор Брунса (приготовить в соответствии с разделом 1 справочного приложения 4

Ход анализа

В 10 мл электролита провести разложение цианистого комплекса и осадить серебро железо, как указано в п. 11 настоящего приложения. К фильтрату после отделения железа серебра прилить 10 мл серной кислоты и выпаривать до паров серной кислоты, охладить, прилить 50-70 мл воды, 10 мл раствора Брунса и титровать полученный раствор 0,05 н раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала до исчезновения синей окр

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \quad (1$$

где **a** – объем 0,05 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,05 н раствора серноватистокислого натрия по меди (теоретический титр 0,003177), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

14. Определение содержания серебра методом потенциометрического титрования

Реактивы

Кислота азотная (плотность 1,4)
Кислота серная (плотность 1,84)
Натрий хлористый, 0,1 н раствор

Оборудование

Иономер ЭВ-74
Блок автоматического титрования БАТ-15 (pH-метр)

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 10 мл серной кислоты, 25 мл азотной кислоты и нагревать до обильного выделения паров серного ангидрида. Раствор охладить, прилить 100 мл воды и титровать 0,1 н раствором хлористого натрия в интервале от 500 до 100 мВ. В качестве вспомогательного электрода использовать хлорсеребряный електрод, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия, в качестве измерительного электрода – серебряная пластина. Одна из параллельных проб служит ориентиром точки эквивалентности. Вблизи точки эквивалентности добавлять хлористый натрий по каплям.

Содержание серебра Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (15)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора хлористого натрия, израсходованный на титрование, мл;
T – практический титр 0,1 н раствора хлористого натрия;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

При проведении титрования руководствоваться паспортными данными на приборы ЭВ-74 и БАТ-15 (pH-метром).

15. Определение содержания сурьмяновиннокислого калия колориметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота серная (плотность 1,84)
Кислота азотная (плотность 1,41)
Калий йодистый, 20-процентный раствор
Тиомочевина, 5-процентный раствор

Стандартный раствор сурьмы (раствор А: 0,1 г металлической сурьмы растворить в 25 мл серной кислоты при нагревании. Раствор охладить, перенести в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести водой до метки. В 1 мл раствора содержится 0,001 г сурьмы. Раствор Б: 10 мл раствора А перенести в колбу вместимостью 100 мл, разбавить водой. В 1 мл раствора содержится 0,0001 г сурьмы).

Ход анализа

10 мл электролита отобрать в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести водой до метки. Отобрать 5 мл раствора в стакан, прилить 10 мл соляной кислоты и выпаривать до влажного осадка, прилить 10 мл воды и снова выпаривать. Прилить еще 30 мл воды, прокипятить, осадок отфильтровать и промыть теплой водой. В фильтрат прилить 5 мл серной кислоты и 1 мл азотной кислоты и выпаривать до образования паров серного ангидрида, охладить, прилить 5 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3, нагреть, перенести в мерную колбу вместимостью 50 мл, прилить 4 мл 20-процентного раствора йодистого калия и 10 мл 5-процентного раствора тиомочевины, довести до метки серной кислотой, разбавленной в соотношении 1:3. Одновременно отобрать 10 мл раствора Б и провести холостой опыт. Измерить оптическую плотность раствора на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм.

Содержание сурьмяновинокислого калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{d_1 \cdot K \cdot 2{,}74 \cdot 1000}{d_2 \cdot m}, \qquad (16)$$

где d_1 – оптическая плотность электролита;
K – содержание сурьмы в стандартном растворе, г;
$2{,}74$ – коэффициент пересчета на сурьмяновинокислый калий;
d_2 – оптическая плотность стандартного раствора;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 55
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЙОДИДНОГО СЕРЕБРЕНИЯ

1. Определение содержания серебра объемным роданидным методом

Реактивы

Пыль цинковая
Кислота соляная (плотность 1,19)
Кислота азотная (плотность 1,41), разбавленная в соотношении 1:1
Квасцы железоаммонийные
Аммоний роданистый, 0,1 н раствор
Серебро азотнокислое, 0,1-процентный раствор

Ход анализа

10 мл электролита поместить в стакан, прибавить 1,2-1,5 г цинковой пыли и выдержать 2-3 ч при периодическом перемешивании. Отфильтровать осадок, промыть, перенести в стакан и добавить 20-25 мл соляной кислоты. После растворения цинка раствор отфильтровать через тот же фильтр. Осадок смыть с фильтра водой, затем 15-20 мл азотной кислоты

обавить 10 мл серной кислоты и кипятить до удаления паров серного ангидрида, охладить, обавить 2 мл железоаммонийных квасцов и титровать 0,1 н раствором роданистого аммо- ия до розового окрашивания.

Содержание металлического серебра Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}01079 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

е a – объем 0,1 н раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование, мл;

,01079 – титр 0,1 н раствора роданистого аммония по серебру;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания йодистого калия объемным роданидным методом

Реактивы

Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор
Кислота азотная, разбавленная в соотношении 1:1
Калий роданистый, 0,1 н раствор
Квасцы железоаммонийные
Углерод четыреххлористый

Ход анализа

5 мл электролита довести водой до 100 мл, раствор отфильтровать. Отобрать 10 мл ,твора, прибавить 35 мл 0,1 н раствора азотнокислого серебра, подкислить азотной кисло- ,й, добавить 2 мл железоаммонийных квасцов, 3-4 мл четыреххлористого углерода и титро- ть 0,1 н раствором роданида аммония до розового окрашивания.

Содержание йодида калия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 0{,}0166 \cdot 1000}{m} + 18{,}4, \qquad (2)$$

a_1 – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, добавленный к пробе, мл;

a_2 – объем роданистого аммония, взятый на титрование, мл;

,0166 – эквивалент йодида калия, г/мл;

18,4 – количество йодида калия, взятое на реакцию при разбавлении электролита с серебром, содержавшемся в электролите (при 12 г/л серебра), г/л;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания трилона Б объемным ацидиметрическим методом

Цинк хлористый, 0,1 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Тиомочевина
Ксиленовый оранжевый, индикатор
Буфер ацетатный, pH 5,4 (к 59,3 мл 1 н раствора уксусной кислоты прибавить 50 мл раствора едкого натрия, разбавить водой до 500 мл).

Ход анализа

В коническую колбу отобрать 10 мл электролита, подкислить соляной кислотой, добавить 1,5-2 г тиомочевины, 20 мл воды, 30 мл буферного раствора, четыре-пять капель ксиленового оранжевого. Титровать хлористым цинком по переходу окраски раствора в розовую.

Содержание трилона Б Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}01865 \cdot 1000}{m}, \quad (3$$

где a – объем 0,1 н раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, мл;
0,01865 – эквивалент трилона Б;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЗОЛОЧЕНИЯ

1. Определение содержания золота гравиметрическим методом

Реактивы

Гидрозин солянокислый, 10-процентный раствор
Кислота соляная (плотность 1,19) и 1-процентный раствор

Ход анализа

К 10 мл электролита прилить 30 мл соляной кислоты (плотность 1,19) и упаривать содержимое до 10-15 мл. Раствор охладить и прибавить 40 мл воды, затем небольшими порциями при перемешивании стеклянной палочкой добавить 30 мл раствора солянокислого гидрозина. Выпавший осадок золота отфильтровать, промыть три-четыре раза горячей 1-процентной соляной кислотой, затем пять-шесть раз горячей водой, высушить, прокалить при температуре 800 °С и взвесить.

Содержание золота Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \quad (1$$

где a – количество осадка золота, г;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания цианистого калия объемным методом с применением никелевой соли и мурексида или сульфарсазена или аргентометрическим методом

Производить в соответствии со справочным приложением 54. Для анализа берут 10 электролита.

3. Определение содержания углекислого калия объемным алкалиметрическим методом

Производить в соответствии с разделом 4 справочного приложения 54.

4. Определение содержания никеля фотоколориметрическим методом

Реактивы

Аммиак, 25-процентный водный раствор
Аммоний надсернокислый, 10-процентный раствор в 5-процентном растворе едкого кали
Калий-натрий виннокислый, 20-процентный раствор
Кислота серная (плотность 1,84)
Диметилглиоксим, 1-процентный раствор в 5-процентном растворе едкого кали
Стандартный раствор никеля(приготовить в соответствии с разделом 5 справочного приложения 41).

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 10 мл серной кислоты и выпаривать до паров серной кислоты и восстановления золота до металла. Раствор охладить, разбавить водой и прокипятить для коагуляции осадка. Осадок золота отфильтровать и несколько раз промыть горячей водой. Фильтрат и промывные воды собрать в мерную колбу вместимостью 250 мл, довести до метки водой и перемешать. Из полученного раствора отобрать аликвотную часть, содержащую 1 мл электролита, прилить 10 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора надсернокислого аммония, 10 мл щелочного раствора диметилглиоксима. Раствор нейтрализовать аммиаком и приливать его избыток до появления запаха, довести до метки водой и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора на фотоколориметре с желто-зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. Количество никеля найти по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл отобрать 0,5; 1; 2; 3; 4; 5; 7; 10; 15; 20; 25 мл стандартного раствора никеля, прилить по 10 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора надсернокислого аммония, 10 мл щелочного раствора диметилглиоксима. Раствор нейтрализовать аммиаком и приливать его избыток до появления запаха, довести до метки водой и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора на фотоколориметре с желто-зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. Холостой раствор приготовить так же, как и растворы для построения калибровочного графика, но без добавления стандартного раствора никеля. По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси абсцисс количество никеля в граммах, а на оси ординат оптические плотности окрашенных растворов.

Содержание сернокислого никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 4{,}784 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – количество никеля, найденное по калибровочному графику, г;
4,784 – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания кобальта фотоколориметрическим методом

Реактивы

Кислота азотная (плотность 1,4) и разбавленная в соотношении 1:1
Аммиак, 25-процентный раствор и разбавленный в соотношении 1:1
Нитрозо-R-соль, 0,1-процентный раствор
Кислота серная (плотность 1,84) и разбавленная в соотношении 1:1
Стандартный раствор кобальта (содержащий 0,001 г кобальта растворить в 1 мл раствора)
Водорода перекись, 30-процентный раствор
Натрий уксуснокислый, 50-процентный раствор

Ход анализа

К 5 мл электролита прилить 10 мл серной кислоты (плотность 1,84) и выпаривать до образования паров серной кислоты и восстановления золота до металла. Раствор охладить, разбавить водой и прокипятить для коагуляции осадка. Осадок золота отфильтровать и промыть несколько раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собрать в мерную колбу вместимостью 250 мл, довести до метки водой и перемешать. Из полученного раствора отобрать аликвотную часть, содержащую 1 мл электролита, прилить 10-15 мл воды и установить величину pH 3 при помощи аммиака и серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. К слабокислому раствору прилить 10 мл раствора уксуснокислого натрия и кипятить 3-5 мин. К охлажденному раствору прилить 5 мл раствора нитрозо-R-соли и кипятить 3-5 мин для образования комплекса кобальта. Раствор охладить, прибавить 5 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и кипятить еще 1-3 мин. Далее раствор охладить, довести водой до метки и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. Количество кобальта найти по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 мл отобрать 0,5; 1; 2; 3; 5; 7; 10; 15; 20; 25 мл стандартного раствора кобальта, прилить 10-15 мл воды и установить величину pH 3 при помощи аммиака и серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. К слабокислому раствору прилить 10 мл раствора уксуснокислого натрия и кипятить полученный раствор 3-5 мин. Затем раствор охладить, прилить 5 мл раствора нитрозо-R-соли и кипятить 3-5 мин для образования комплекса кобальта, снова охладить, прибавить 5 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и кипятить 1-3 мин, еще раз охладить, довести водой до метки и перемешать. Через 10-15 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм и построить калибровочный график.

Содержание кобальта Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – количество кобальта, найденное по калибровочному графику, г;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 57
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ПАЛЛАДИРОВАНИЯ

1. Определение содержания палладия гравиметрическим методом

Реактивы

Диметилглиоксим, 1-процентный спиртовой раствор
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1-2 мл электролита, отобрать в колбу вместимостью 200 мл, нагреть до температуры 50-60 °С, подкислить четырьмя-пятью каплями соляной кислоты и осадить палладий 20 мл спиртового раствора диметилглиоксима. Раствор с осадком диметилглиоксимата палладия поставить в темное место на 20 мин, отфильтровать, промыть горячей водой, высушить, прокаливать при температуре не выше 700 °С в течение 30 мин. Полученную окись палладия охладить и взвесить.

Содержание палладия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}8693 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

a – масса осадка окиси палладия, г;
0,8693 – коэффициент пересчета с окиси палладия на палладий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Допускается определение содержания палладия следующим образом. Осадок диметилглиоксимата палладия отфильтровать через предварительно высушенный до постоянной массы стеклянный фильтр с пористой пластинкой № 2, промыть восемь-десять раз горячей водой, сушить при температуре 110-120 °С до постоянной массы и взвесить.

Содержание палладия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}3161 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

a – масса осадка диметилглиоксимата палладия, г;
0,3161 – коэффициент пересчета диметилглиоксимата палладия на палладий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания палладия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Бумага Конго индикаторная
Висмут азотнокислый, 0,1 н раствор (16,2 г азотнокислого висмута или 1,0 г металлического растворить в 50 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1 и нагревать до полного растворения висмута. К горячему раствору прилить 50 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и 500 мл кипящей воды. Раствор охладить, перелить в мерную

колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Установить соотношение между 0,1 н растворами азотнокислого висмута и трилона Б)

Кислота азотная, разбавленная в соотношении 1:1

Ксиленоловый оранжевый, индикатор

Трилон Б, 0,1 н раствор.

Ход анализа

В аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита (в случае отработанного электролита для анализа отобрать 5 мл), добавить 15 мл 0,1 н раствора трилона Б и нагревать в течение 10 мин до перехода окраски раствора в желтую. Раствор охладить, добавить 20 мл воды, подкислить азотной кислотой по индикаторной бумаге Конго, тщательно перемешать, добавить шесть-восемь капель индикатора ксиленолового оранжевого и титровать 0,1 н раствором азотнокислого висмута до перехода желтой окраски в малиновую.

Содержание палладия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m},$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе при определении, мл;

b – объем 0,1 н раствора азотнокислого висмута, израсходованный на титрование избытка трилона Б, мл;

ℓ – соотношение между растворами трилона Б и азотнокислого висмута;

T – титр 0,1 н раствора трилона Б по палладию (теоретический титр 0,005321) г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания хлористого аммония аргентометрическим методом

Реактивы

Калий хромовокислый, 5-процентный раствор

Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 0,5 мл электролита, довести водой до 50 мл, добавить 2-5 мл раствора хромовокислого калия и титровать полученный раствор 0,1 н раствором азотнокислого серебра до неисчезающего красноватого окрашивания осадка.

Общее содержание хлора Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m},$$

где a – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл;

T – титр 0,1 н раствора азотнокислого серебра по хлору (теоретический титр 0,0036), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание хлористого аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = (H_1 - H_2 \cdot 0{,}666)\ 1{,}508, \qquad (5)$$

где H_1 – содержание общего количества хлора, г/л;
H_2 – содержание палладия в электролите, определенное в соответствии с разделом 2 настоящего приложения, г/л;
0,666 – коэффициент пересчета с палладия на хлор, связанный в комплекс аминохлоридного палладия;
1,508 – коэффициент пересчета с хлора на хлористый аммоний.

4. Определение содержания двузамещенного фосфорнокислого аммония объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 10-процентный раствор
Натр едкий, 0,1 н раствор
Фенолфталеин, индикатор
Формалин, 20-процентный раствор

Ход анализа

К 2 мл электролита прилить 30 мл воды, две-три капли фенолфталеина и нейтрализовать раствором аммиака до розового окрашивания раствора. К раствору прилить 25 мл раствора формалина, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину 0,1 н раствором едкого натра, добавить несколько капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до розового окрашивания.

Содержание двузамещенного фосфорнокислого аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ T \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где a – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора едкого натра по фосфорнокислому аммонию (теоретический титр 0,006603), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания двузамещенного фосфорнокислого натрия объемным ацидиметрическим методом

Фосфорнокислый аммоний перевести в уротропин и фосфорную кислоту. Двузамещенный фосфорнокислый натрий перевести в однозамещенный и определить общее количество фосфатов.

Реактивы

Кальций хлористый, 10-процентный раствор
Кислота соляная, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1-процентный водный раствор

Натр едкий, 0,2 н раствор
Тимолфталеин, индикатор, 0,2-процентный спиртовой раствор
Формалин, 20-процентный раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 2 мл электролита, прилить 30 мл воды, 25 мл раствора формалина, одну-две капли метилового оранжевого и нейтрализовать раствором соляной кислоты до розового окрашивания раствора. К раствору прилить 50 мл раствора хлористого кальция, восемь-десять капель тимолфталеина и титровать 0,2 н раствором едкого натра до сине-фиолетового окрашивания.

Общее содержание фосфорной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (7)$$

где **a** – объем 0,2 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,2 н раствора едкого натра по фосфорной кислоте (теоретический титр 0,006332), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание двузамещенного фосфорнокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = (H_1 - H_2 \cdot 0{,}719) \cdot 3{,}771, \qquad (8)$$

где H_1 – общее количество фосфорной кислоты в электролите, г/л;
H_2 – количество двузамещенного фосфорнокислого аммония в электролите, г/л;
0,719 – коэффициент пересчета с фосфорнокислого аммония на фосфорную кислоту;
3,771 – коэффициент пересчета с фосфорной кислоты на двузамещенный фосфорнокислый натрий.

6. Определение содержания сернокислого аммония гравиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 5-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор
Кислота соляная, 1-процентный раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1-2 мл электролита, разбавить водой до 150-200 мл, нагреть почти до кипения и по каплям при перемешивании прибавлять 3 мл раствора хлористого бария. Если в растворе появляется опалесценция, это указывает на следы сульфат-ионов в электролите (определение содержания сульфат-ионов не производить). Раствор с осадком сернокислого бария кипятить 3-5 мин, дать ему отстояться в теплом месте в течение 1-2 ч, отфильтровать через плотный фильтр с беззольной бумажной массой. Осадок промыть 1-процентным раствором соляной кислоты, затем пять-шесть раз горячей водой, высушить, прокалить при температуре 850-900 °С и взвесить.

Содержание сернокислого аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}5661 \cdot 1000}{m}, \qquad (9)$$

где **a** – масса сернокислого бария, г;
0,5661 – коэффициент пересчета с сернокислого бария на сернокислый аммоний;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

7. Определение содержания сульфаминовой кислоты (сульфамата аммония) гравиметрическим методом

Реактивы

Натрий азотнокислый, 0,1 н раствор

Барий хлористый, 5-процентный раствор

Бумага йодкрахмальная (1 г растворимого крахмала растирать в ступке с 5 мл воды до получения однородной кашицы, смесь медленно вливать в 100 мл кипящей воды и кипятить 2-3 мин. Раствор охладить и прибавить 0,5 н йодистого калия. Полученным раствором пропитать беззольные фильтры. Высушив в темном месте, нарезать фильтры на полоски и хранить в банке стекла с притертой пробкой)

Кислота соляная, 2 н раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, прибавить 5 мл раствора соляной кислоты и по каплям при перемешивании добавить из бюретки 15-20 мл раствора нитрита натрия. Полноту перехода сульфамат-ионов в сульфат проверить по избытку нитрит-ионов. Каплю раствора из стакана нанести стеклянной палочкой на йодкрахмальную бумагу. Появление синего пятна на ней указывает на избыток нитрит-ионов. Раствор разбавить до 150-200 мл водой, нагреть почти до кипения и при перемешивании прилить к нему 10 мл горячего раствора хлористого бария. Раствор с осадком сернокислого бария кипятить 3-5 мин, дать ему отстояться в течение 1-2 ч и отфильтровать через плотный фильтр с беззольной бумажной массой. Осадок промыть раствором соляной кислоты, затем пять-шесть раз горячей водой, высушить, прокалить при температуре 850-900 °С и взвесить.

Содержание сульфаминовой кислоты (сульфамата аммония) Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\,K \cdot 1000}{m}, \qquad (10)$$

где **a** – масса сернокислого бария, г;
b – масса сернокислого бария, полученная при определении сернокислого аммония, г;
K – коэффициент пересчета с сернокислого бария на сульфаминовую кислоту (равен 0,4120) и на сульфамат аммония (равен 0,4889);
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

8. Определение содержания азотнокислого натрия гравиметрическим методом

Реактивы

Барий хлористый, 5-процентный раствор

Бумага йодкрахмальная (приготовить в соответствии с разделом 7 данного приложения)

Кислота соляная, 2 н раствор
Сульфамат аммония, 0,1 н раствор

Ход анализа

15 мл 0,1 н раствора сульфамата аммония разбавить водой до 100 мл, добавить 5 мл раствора соляной кислоты и из бюретки по каплям при перемешивании прилить аликвотную часть раствора, содержащую 1,5-2 мл электролита. Полноту окисления нитрит-ионов проверить качественной реакцией по йодкрахмальной бумаге, для чего каплю раствора нанести на йодкрахмальную бумагу. При отсутствии нитрит-ионов синего окрашивания быть не должно. Полученный раствор разбавить водой до 150-200 мл, нагреть до температуры 60 °С, при перемешивании прилить к нему 10 мл горячего раствора хлористого бария и продолжить определение, как указано в п. 5 настоящего приложения.

Содержание азотистокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b) \cdot 0,2956 \cdot 1000}{m}, \qquad (11)$$

где a – масса сернокислого бария, полученная при определении азотистокислого натрия, г;
b – масса сульфата бария, полученная при определении сернокислого аммония, г;
0,2956 – коэффициент пересчета с сульфата бария на азотистокислый натрий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

9. Определение содержания меди колориметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Диэтилдитиокарбамат натрия, 0,5-процентный раствор
Желатина, 0,5-процентный раствор
Кислота винная (или лимонная), 20-процентный раствор
Кислота азотная (плотность 1,4), разбавленная в соотношении 1:1
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1
Диметилглиоксим, 1-процентный спиртовой раствор
Стандартный раствор меди (раствор А: 0,1 г меди марки МО растворить при нагревании в 10 мл азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, прилить 10 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и выпаривать до паров серного ангидрида. Раствор сернокислой меди охладить, перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. 1 мл раствора А содержит 0,0001 г меди. Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 250 мл отобрать 50 мл стандартного раствора А, довести водой до метки и перемешать. 1 мл раствора Б содержит 0,00002 г меди).

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 0,2-0,5 мл электролита, нагревать до температуры 50-60 °С, прибавить 2 мл раствора винной (или лимонной) кислоты и осадить приладий 20 мл раствора диметилглиоксима. Раствору с осадком дать отстояться в теплом месте в течение 20 мин, осадок отфильтровать, промыть три-четыре раза горячей водой. В фильтрат добавить 5 мл раствора желатины, 8-10 мл раствора аммиака, 2 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия, довести содержимое водой до метки и перемешать. Через

10 мин измерить оптическую плотность окрашенного раствора относительно холостого, содержащего все реактивы, кроме анализируемого на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 50 мл прилить из микробюретки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 мл стандартного раствора Б. В каждую колбу добавить 2 мл раствора винной (или лимонной) кислоты, 5 мл раствора желатины, 3-10 мл раствора аммиака, 2 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия, довести содержимое водой до метки и перемешать. Через 10 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостого раствора, содержащего все реактивы, кроме раствора меди, на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 20 мм. По полученным данным построить калибровочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности раствора, а на оси абсцисс количество меди в граммах.

Содержание меди Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \qquad (12)$$

где **a** – количество меди, найденное по калибровочному графику, г;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 58
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА ПАЛЛАДИЙ-НИКЕЛЬ

1. Определение содержания палладия гравиметрическим и объемным трилонометрическим методом

Производить по разделам 1, 2 справочного приложения 57.

2. Определение содержания никеля гравиметрическим методом

Реактивы

Диметилглиоксим, 1-процентный раствор

Ход анализа

В фильтрат после отделения осадка, содержащего палладий, добавить 20-25 мл диметилглиоксима (1-процентный раствор в спирте), небольшой избыток аммиака нагреть на водяной бане до температуры 80 °С. Осадок отфильтровать и промывать холодной водой до исчезновения хлоридов. Полученный осадок с фильтратом поместить в тигель и прокаливать при температуре 600 °С в течение 30-40 мин.

Содержание никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}7858 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – масса окиси никеля после прокалирования, г;
0,7858 – коэффициент пересчета на никель;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания никеля объемным трилонометрическим методом

Производить по разделу 1 справочного приложения 47. При анализе состава сплава навеску, взвешенную с точностью до 0,0002 г, растворить в смеси концентрированной серной (10 мл) и азотной кислот (5 мл) и раствор выпаривать досуха. Добавить 15 мл соляной кислоты и снова выпаривать досуха, добавить 10 мл соляной кислоты и выпаривать до влажных солей.

Определение содержания палладия и никеля проводят по методикам определения их в электролите (разделы 1, 2 настоящего приложения).

Содержание палладия $H_п$ и никеля $H_н$ в процентах определять соответственно по формулам:

$$H_п = \frac{a \cdot 0,8693 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

$$H_н = \frac{a \cdot 0,7858 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где a – масса осадка после сжигания, г;
0,8693 – коэффициент пересчета с окиси палладия на палладий;
0,7858 – коэффициент пересчета на никель;
m – навеска сплава, г.

ПРИЛОЖЕНИЕ 59
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ РОДИРОВАНИЯ

1. Определение содержания родия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Бумага индикаторная Конго
Ксиленоловый оранжевый, индикатор
Натрий уксуснокислый, 10-процентный раствор
Стандартный раствор родия (5 г хлористого родия, взвешенного с точностью до 0,0002 г, растворить в 1 л раствора. Содержание родия в растворе определить гравиметрическим методом в соответствии с разделом 2 настоящего приложения.
Трилон Б, 0,1 н раствор
Уротропин, 20-процентный раствор
Цинк уксуснокислый, 0,1 н раствор (10,47 г уксуснокислого цинка растворить в небольшом количестве воды, добавить 10 мл уксусной кислоты, перелить содержимое в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Соотношение между 0,1 н растворами уксуснокислого цинка и трилона Б установить так, как описано в ходе анализа)

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита (в случае отработанного электролита для анализа отобрать 5 мл), прилить 20 мл воды, 15 мл 0,1 н раствора

лона Б, ввести кусочек бумаги Конго и прибавлять раствор уксуснокислого натрия до изменения синей окраски индикаторной бумаги в сиреневую (величина pH 3,5-4).

Содержимое колбы нагреть до кипения, кипятить 3-5 мин, охладить, прилить 15 мл раствора уротропина, 50 мл воды, 0,05 г ксиленолового оранжевого и медленно титровать полученный раствор 0,1 н раствором уксуснокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в малиновую.

Содержание родия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе при определении, мл;
b – объем 0,1 н раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, мл;
ℓ – соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по родию (теоретический титр 0,005145), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания родия гравиметрическим методом

Реактивы

Кислота серная (плотность 1,84)
Тиомочевина, соль

Ход анализа

В стакан вместимостью 150 мл отобрать 5 мл электролита, добавить 0,15-0,20 г тиомочевины и нагревать содержимое до полного растворения тиомочевины, осторожно прилить 10-15 мл серной кислоты и нагревать раствор до полного осаждения родия (до появления осадка черного цвета). Полнота осаждения родия определяется по бесцветности раствора над осадком. Раствор с осадком охладить, осторожно прилить 50-60 мл воды, поставить в теплое место, после чего осадок отфильтровать через беззольный фильтр и промывать горячей водой до полного удаления сульфатов (качественную реакцию производить раствором хлористого бария), высушить и прокаливать при температуре 700 °С до постоянной массы.

Содержание родия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}81 \cdot 1000}{m}, \qquad (2$$

где **a** – масса осадка окиси родия, г;
0,81 – коэффициент пересчета на родий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания серной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Метиловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 0,1 н раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 100 мл, прилить две-три капли метилового оранжевого и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую.

Содержание серной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора едкого натра по серной кислоте (теоретический титр 0,0049), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания меди колориметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Натрия диэтилдитиокарбамат, 0,2-процентный водный раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1
Магний хлористый, 0,3-процентный раствор
Кислота азотная (плотность 1,4), разбавленная в соотношении 1:1
Стандартный раствор меди (растворы А и Б приготовить в соответствии с разделом 9 справочного приложения 59.
Трилон Б, 2-процентный раствор
Углерод четыреххлористый или толуол (свежеперегнанный)

Ход анализа

В стакан вместимостью 150 мл отобрать 1-5 мл электролита (в зависимости от содержания меди), разбавить водой до 30 мл, нейтрализовать раствором аммиака до появления мути и приливать по каплям серную кислоту до исчезновения мути и еще 5 мл. Раствор разбавить водой до 100 мл, нагреть до температуры 60 °С и вести электролиз при перемешивании в течение 50 мин при напряжении 3-4 В и силе тока 5 А, применяя предварительно омедненный платиновый сетчатый электрод. Через 50 мин ток снизить до 0,5 А и продолжать электролиз в течение 20-30 мин. По окончании электролиза, не включая тока, поднять электроды так, чтобы их концы остались в растворе, и быстро промыть струей воды верхнюю часть электродов. Электроды извлечь из раствора и окончательно промыть водой над стаканом, в котором проводилось осаждение родия. После отделения родия раствор упарить до 50 мл, перелить в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести водой до метки и перемешать. Из полученного раствора отобрать пипеткой 5 мл раствора в мерную колбу вместимостью 50 мл с притертой пробкой и приливать раствор аммиака до появления слабого запаха и еще добавить 1-2 мл его избытка. К раствору прилить 1 мл раствора трилона Б, 1 мл раствора хлористого магния, 3 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия (после каждого добавления реактивов раствор в цилиндре перемешивать). Через 3-5 мин добавить 5 мл четыреххлористого углерода (толуола) и хорошо взболтать, закрыв цилиндр пробкой.

В другой цилиндр такой же вместимости прилить 5 мл воды, ввести те же объемы аммиака (1-2 мл), трилона Б, хлористого магния, диэтилдитиокарбамата натрия, четыреххлористого углерода, перемешать и прилить из микробюретки стандартный раствор Б (приливать по тех пор, пока органические слои в обоих цилиндрах не станут одинакового цвета).

Содержание меди Н в граммах на литр определить на фотоэлектроколориметре при длине волны 450-480 мм, рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ c \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – объем стандартного раствора меди, израсходованный на уравнивание окраски, мл;
c – содержание меди в 1 мл стандартного раствора Б, г;
m – объем электролита, взятый на колориметрирование, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 60
Справочное

АНАЛИЗ РАСТВОРОВ ХИМИЧЕСКОГО НИКЕЛИРОВАНИЯ

1. Определение содержания никеля объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор, разбавленный в соотношении 1:1
Кислота азотная (плотность 1,4)
Мурексид, индикатор или сульфарсазен
Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

Отобрать 5 мл раствора никелирования, разбавить водой до 100 мл, прилить 5 мл азотной кислоты и кипятить 2-3 мин. Затем раствор охладить, нейтрализовать раствором аммиака, прилить еще 5 мл, прибавить 0,3 г мурексида и титровать 0,1 н раствором трилона Б до малиново-фиолетового окрашивания.

Содержание никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ T\ K \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по никелю (теоретический титр 0,002936), г/л;
K – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель (равен 4,784), с никеля на хлористый никель (равен 4,049) и с никеля на уксуснокислый никель (равен 3,012);
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания фосфористокислого натрия (фосфита) объемным йодометрическим методом

Реактивы

Йод, 0,1 н раствор
Кислота уксусная, 10-процентный раствор

Крахмал растворимый, индикатор
Натрий фосфорнокислый (двузамещенный), насыщенный раствор
Никель сернокислый, 5-процентный раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 2,5 мл анализируемого раствора, разбавить водой до 70-100 мл.

Из свежеприготовленных электролитов для анализа отобрать до 50 мл анализируемого раствора, прибавить 10-15 мл раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия и из бюретки прилить избыток (примерно 20-30 мл) 0,1 н раствора йода. Если при этом раствор в колбе обесцветится, прибавить еще 0,1 н раствора йода. Закрыть колбу пробкой и оставить на 5 мин, добавить 1-2 мл раствора сернокислого никеля и по каплям добавлять уксусную кислоту до растворения гидратов окиси никеля (величина pH 6, 7-7), титровать полученный раствор 0,1 н раствором сероватистокислого натрия в присутствии крахмала до исчезновения синего окрашивания.

Содержание фосфористокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывается по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора йода, добавленный к пробе при определении, мл;
ℓ – соотношение между растворами серноватистокислого натрия и йода;
b – объем 0,1 н раствора сероватистокислого натрия, израсходованный на титрование избытка йода, мл;
T – титр 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по фосфористокислому натрию (теоретический титр 0,0063), г/мл;
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания фосфорноватистокислого натрия (гипофосфита) объемным ванадатометрическим методом

Реактивы

Аммоний ванадиевокислый, 0,1 н раствор
Кислота соляная (плотность 1,19)
Медь хлорная, соль
Ферроин, индикатор, 0,25-процентный раствор (1,624 г О-фенантралина гидрохлорида и 0,695 г сернокислого железа растворить в 100 мл воды).

Ход анализа

К 2-5 мл электролита прибавить 20 мл воды и соляную кислоту в количестве, равном объему раствора, и 0,5-1,0 г хлорной меди. Раствор перемешать, прибавить одну-две капли ферроина и, спустя 2-3 мин, при перемешивании медленно титровать 0,1 н раствором ванадиевокислого аммония до перехода красновато-зеленой окраски раствора в чисто-зеленую.

Содержание гипофосфита натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора ванадиевокислого аммония, израсходованный на титрование, мл;

Т – титр ванадиевокислого аммония по гидрофосфиту натрия (теоретический титр 0,00529), г/мл;

m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания хлористого аммония объемным аргентометрическим методом

Реактивы

Калий хромовокислый, 5-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл анализируемого раствора, разбавить водой до 50 мл, добавить 2-3 мл раствора хромовокислого калия и титровать полученный раствор 0,1 н раствором азотнокислого серебра до неисчезающего красноватого окрашивания осадка.

Содержание хлора Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл;

Т – титр 0,1 н раствора азотнокислого серебра по хлору (теоретический титр 0,003545), г/мл;

m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

Содержание хлористого аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = H_1 - (H_2 \cdot 0{,}298) \cdot 1{,}509, \qquad (5$$

где H_1 – содержание хлора в растворе, г/л;

H_2 – содержание хлористого никеля в растворе, г/л;

0,298 – коэффициент пересчета с хлористого никеля на хлор;

1,509 – коэффициент пересчета с хлора на хлористый аммоний.

5. Определение содержания лимоннокислого натрия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор, разбавленный в соотношении 1:1
Бумага лакмусовая красная (индикаторная)
Раствор буферный (70 г хлористого аммония растворить в 200 мл воды, прибавить 570 мл 25-процентного раствора аммиака, довести водой до 1 л и перемешать)
Кальций хлористый, 25-процентный раствор.
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Метиловый оранжевый, индикатор
Натр едкий, 15-процентный раствор

Раствор комплексоната магния (в мерной колбе вместимостью 250 мл растворить 9,3 г трилона Б в 200 мл воды, добавить 5,8 г сернокислого магния и нейтрализовать раствор 15-процентным раствором едкого натра по фенолфталеину, довести водой до метки и перемешать. В приготовленном растворе проверить эквивалентность между магнием и трилоном Б, которая должна быть в соотношении 1:1. Для этого в коническую колбу вместимостью 100 мл отобрать 5 мл комплексоната магния, прилить 2 мл буферного раствора и добавить хромоген черный. При правильном эквивалентном соотношении магния и трилона Б раствор получит грязно-фиолетовое окрашивание, которое от прибавления одной капли 0,1 н раствора трилона Б должно перейти в синее, а от прибавления одной капли 0,1 н раствора сернокислого магния в красное)

Стандартный раствор лимоннокислого натрия (45 г лимоннокислого натрия растворить в 1 л воды)

Хромоген черный, индикатор

Трилон Б, 0,1 н раствор

Ход анализа

10 мл анализируемого раствора разбавить водой до 50 мл и добавлять 30 мл раствора хлористого кальция и аммиака до перехода окраски раствора из зеленой в синюю. Раствор кипятить в течение 5 мин с начала образования осадка (в случае невыпадения осадка в течение 1 мин добавить аммиак, во время кипячения раствор перемешивать. Осадок отстоять на водяной бане в течение 30 мин, следя за тем, чтобы раствор имел синее окрашивание. Горячий раствор быстро отфильтровать через фильтр (белая лента) и промывать осадок пять-шесть раз горячей водой порциями по 5-6 мл. Воронку с осадком перенести в колбу, в которой вели осаждение, растворить осадок на фильтре горячей соляной кислотой, промыть фильтр шесть-семь раз горячей водой, собрать фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 250 мл, охладить, довести водой до метки и перемешать. Из мерной колбы отобрать 50 мл раствора в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавить две капли метилового оранжевого и нейтрализовать полученный раствор раствором едкого натра до желтого окрашивания. Добавить 2 мл буферного раствора, 1 мл раствора комплексоната магния, около 0,3 г хромогена черного и титровать 0,1 н раствором трилона Б до перехода окраски раствора из винно-красного в синюю.

Содержание лимоннокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ T\ 1000}{m}, \qquad (6)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора трилона Б по лимоннокислому натрию (теоретический титр 0,0116), г/мл;
m – объем раствора, взятый на определение, мл.

6. Определение содержания фосфора в покрытии никель-фосфор

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Натрий азотистокислый, насыщенный раствор
Калий марганцовокислый, 4-процентный раствор
Кислота азотная (плотность 1,4)
и разбавленная в соотношении 1:1
Кислота соляная (плотность 1,19), 0,1 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Жидкость молибденовая (150 г молибденовокислого аммония растворить в 1 л воды и вливать при перемешивании в 1 л азотной кислоты, разбавленной 1:1)
Натр едкий, 0,1 н раствор
Фенолфталеин, 0,1-процентный спиртовой раствор.

Ход анализа

0,4-0,6 г покрытия, отделенного от основы, или взвешенный с точностью до 0,0002 г контрольный образец поместить в стакан, прилить 30-40 мл азотной кислоты, довести до 250 мл водой, отобрать 10 мл раствора в коническую колбу и прибавлять по каплям 4-процентный раствор марганцовокислого калия до розового окрашивания, кипятить до выпадения осадка гидрата окиси марганца, который затем растворить прибавлением по каплям азотистокислого натрия. Содержимое колбы кипятить, раствор нейтрализовать 25-процентным раствором аммиака по метиловому оранжевому, прилить 5 мл азотной кислоты и 10 г азотнокислого аммония, нагреть, прилить 50 мл молибденовой жидкости. Осадок фосформолибдата отфильтровать, промыть пять-шесть раз водой, осадок вместе с фильтром перенести в колбу, где велось осаждение, прилить 50 мл воды, пять капель фенолфталеина и избыток 0,1 н раствора едкого натра. Избыток едкого натра оттитровать 0,1 н раствором соляной кислоты.

Содержание фосфора Н в навеске в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\ T \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot m}, \qquad (7)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора едкого натра, взятый для растворения осадка, мл;
b – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование избытка едкого натра, мл;
T – титр 0,1 н раствора едкого натра по фосфору;
m – навеска покрытия, г.

Содержание никеля в покрытии определять объемным трилонометрическим или фотоколориметрическим методом по разделам 1, 2 справочного приложения 47.

ПРИЛОЖЕНИЕ 61
Справочное

АНАЛИЗ ИММЕРСИОННОГО РАСТВОРА ДЛЯ ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

1. Определение содержания цинка объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак, 25-процентный раствор
Диметилглиоксим, 3-процентный раствор
Кислота лимонная
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хром темно-синий, индикатор.

Ход анализа

К 5-10 мл разбавленного в 10-25 раз анализируемого раствора прибавить 0,5-1 г лимонной кислоты и 10 мл аммиака, нагреть до кипения и осадить никель. К раствору добавить 10 мл диметилглиоксима и отфильтровать через стеклянный фильтр. Осадок промыть горячей водой и титровать 0,1 н раствором трилона Б до перехода розовой окраски в синюю в присутствии темно-синего хрома.

Содержание цинка Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\ T\ 3{,}65 \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по цинку (теоретический титр 0,003268), г/л;
3,65 – коэффициент пересчета с цинка на фторборат цинка;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания никеля объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак, 25-процентный раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Мурексид, индикатор

Ход анализа

К анализируемому раствору прилить 10 мл аммиака, разбавить водой до 100 мл и титровать 0,1 н раствором трилона Б до яркого малинового окрашивания. При этом определяется суммарное количество цинка и никеля.

Содержание никеля Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(b - a)\ T\ 3{,}95 \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **b** – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование общего количества цинка и никеля, мл;
a – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по никелю (теоретический титр 0,00293), г/л;
3,95 – коэффициент пересчета с никеля на фторборатный никель;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл;

3. Определение содержания борфтористоводородной кислоты алкалиметрическим методом

Реактивы

Катионит КУ-2
Кальций хлористый
Кали едкое, 0,2 н раствор
Метиловый оранжевый, индикатор

Ход анализа

Провести обработку 5 мл анализируемого раствора, разбавленного до 25 мл, через колонку с катионитом КУ-2, колонку промыть несколько раз водой, фильтрат собрать в мерную колбу, довести водой до 100 мл. Отобрать 5-10 мл фильтрата, добавить 5 г хлористого кальция, две капли метилового оранжевого, нейтрализовать 0,2 н раствором едкого кали до желтого окрашивания и кипятить в течение 10 мин. Горячий раствор титровать 0,2 н раствором едкого кали. Кипячение и титрование проводить до прекращения выделения кислоты.

Содержание борфтористоводородной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}04388 \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,2 н раствора щелочи, израсходованный на титрование, мл;
0,004388 – количество кислоты в граммах, соответствующее 1 мл 0,2 н раствору щелочи;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 62
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

1. Определение содержания свободной серной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Натр едкий, 0,5 н раствор
Натр щавелевокислый, насыщенный раствор
Фенолфталеин, индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, прилить 50-150 мл насыщенного раствора щавелевокислого натрия (в зависимости от содержания алюминия), восемь-десять капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,5 н раствором едкого натра до слабо-розового окрашивания.

Содержание свободной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,5 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,5 н раствора едкого натра по серной кислоте (теоретический титр 0,0245), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания общего количества Н щавелевой кислоты объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84)

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1 мл электролита, прилить 20 мл воды, 5 мл серной кислоты, нагреть до температуры 70–80 °С и титровать горячий раствор 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания.

Содержание общего количества щавелевой кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по щавелевой кислоте (теоретический титр 0,0063), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания свободной щавелевой кислоты ацидиметрическим методом

Реактивы

Натр едкий, 0,1 н раствор
Натр щавелевокислый, насыщенный раствор
Фенолфталеин, индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 1–2 мл электролита, прилить 50–150 мл насыщенного раствора щавелевокислого натрия (в зависимости от содержания алюминия); несколько капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до слабо-розового окрашивания.

Содержание свободной щавелевой кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора едкого натра по щавелевой кислоте (теоретический титр 0,0063), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

В хромовокислом электролите содержание хромового ангидрида и окиси хрома определять одним из методов: титрованием двойной сернокислой солью железа или фотоколориметрическим методом в соответствии с разделом 1, 2 справочного приложения 48.

4. Определение содержания алюминия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Аммоний уксуснокислый, 20-процентный раствор

Раствор буферный (136 г уксуснокислого натрия и 50 мл 98-процентной уксусной кислоты растворить в 1 л раствора)

Кислота солянная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Метиловый красный, индикатор

Натр едкий, 20-процентный раствор

Стандартный раствор алюминия (2,5 г хлористого водного алюминия растворить в 500 мл воды. Содержание алюминия в растворе определить гравиметрическим методом)

Хромоген черный, индикатор

Трилон Б, 0,1 н раствор (титр раствора установить по стандартному раствору алюминия)

Цинк уксуснокислый, 0,1 н раствор (установить соотношение между 0,1 н растворами трилона Б и уксуснокислого цинка)

Ход анализа

К 1-5 мл электролита (в зависимости от содержания алюминия) прилить 50 мл воды, две-три капли метилового красного, нейтрализовать полученный раствор раствором едкого натра до желтого окрашивания, прилить 5 мл соляной кислоты и нагреть до кипения.

В горячий раствор из бюретки прилить при перемешивании 20 мл 0,1 н раствора трилона Б, нейтрализовать раствором аммиака до желтого окрашивания раствора, прилить 5 мл буферной смеси, 10 мл уксуснокислого аммония, охладить до комнатной температуры, добавить примерно 0,5 г хромогена черного и титровать полученный раствор 0,1 н раствором уксуснокислого цинка до перехода окраски раствора из сине-зеленой в винно-красную.

Содержание алюминия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе при определении, мл;

b – объем 0,1 н раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка 0,1 н раствора трилона Б, мл;

ℓ – соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

T – титр 0,1 н раствора трилона Б по алюминию (теоретический титр 0,00135), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

5. Определение содержания алюминия гравиметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 10-процентный раствор

Аммоний хлористый, соль и 2-процентный раствор

Кислота азотная (плотность 1,4)
Метиловый красный, индикатор

Ход анализа

В стакан вместимостью 250 мл отобрать 1-10 мл электролита (в зависимости от содержания алюминия), прилить 100 мл воды, 5 мл азотной кислоты и кипятить полученный раствор 3-5 мин. Затем в раствор прибавить 2 г хлористого аммония, две-три капли метилового красного и осадить гидрат окиси алюминия, прибавляя раствор аммиака до перехода окраски из розовой в желтую.

Осадок гидратов коагулировать в теплом месте, отфильтровать, промыть раствором хлористого аммония с несколькими каплями аммиака, высушить, прокалить при температуре 1000-1100 °С и взвесить.

Содержание алюминия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 0{,}529 \cdot 1000}{m}, \qquad (5)$$

где a – масса осадка окиси алюминия, г;
$0{,}529$ – коэффициент пересчета с окиси алюминия на алюминий;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

6. Определение содержания железа объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Водорода перекись, 30-процентный раствор
Аммиак, 25-процентный раствор
Трилон Б, 0,1 н раствор
Кислота сульфосалициловая

Ход анализа

Отобрать 20 мл электролита, добавить 50 мл воды, 1 мл перекиси водорода, раствор аммиака (до получения pH 3), сульфосалициловую кислоту и титровать раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в желтую.

Содержание примеси железа Н в граммах на литр определить по формуле

$$H = \frac{a\,T\,K \cdot 1000}{m}, \qquad (6)$$

где a – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по железу (теоретический титр 0,002792), г/мл;
K – поправка к титру 0,1 н раствора трилона Б;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 63
Справочное

АНАЛИЗ ЩАВЕЛЕВОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ЭМАТАЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ

1. Определение содержания калия-титана щавелевокислого трилонометрическим методом

Аммиак, 25-процентный раствор

Раствор буферный (550 г уксуснокислого натрия растворить в воде, прилить 2 мл уксусной кислоты, довести раствор водой до 1 л и перемешать)

Кислота соляная (плотность 1,19)

Ксиленоловый оранжевый, индикатор

Водорода перекись, 30-процентный раствор

Трилон Б, 0,1 н раствор

Цинк уксуснокислый, 0,1 н раствор (установить соотношение между 0,1 н растворами трилона Б и уксуснокислого цинка).

Ход анализа

5 мл электролита поместить в платиновую чашку, выпарить досуха и прокаливать в муфельной печи при температуре 500-600 °С до полного побеления остатка. Чашку охладить, осторожно прилить 4 мл соляной кислоты и нагревать до полного растворения остатка. Полученный раствор перенести в коническую колбу вместимостью 500 мл и прибавить 1 мл перекиси водорода. Через 15 мин прибавить 25-30 мл трилона Б и перемешать, раствор оставить стоять на 30 мин, прилить 20 мл буферного раствора, перемешать, прилить 100 мл воды, 0,05 г ксиленолового оранжевого и титровать избыток трилона Б 0,1 н раствором цинка до перехода желтой окраски раствора в кирпично-красную.

Содержание щавелевокислого калия-титана Н в граммах на литр рассчитать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где
- a – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе при определении, мл;
- b – объем 0,1 н раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, мл;
- ℓ – соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;
- T – титр 0,1 н раствора трилона Б по щавелевокислому калию-титану (теоретический титр 0,0177), г/мл;
- m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания борной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Титан и алюминий предварительно отделить на катионите, органические кислоты нейтрализовать едким натром в присутствии фенолового красного.

Реактивы

Кислота соляная, 0,5 н раствор
Натр едкий, 0,1 н и 0,5 н растворы
Раствор инвертного сахара
Феноловый красный, индикатор
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

В стакан вместимостью 100 мл отобрать 5 мл электролита, разбавить водой до 20-25 мл и пропустить раствор через колонку с катионитом (сульфоуголь или СДВ-3) или другими катионитами в Н-форме со скоростью 10 мл/мин. Колонку и катиониты подготовить в соответствии со справочным приложением 70. Колонку промыть с той же скоростью четыре-пять раз порциями воды до 20 мл, собирая фильтрат и промывные воды в колбу вместимостью 250 мл. Затем в раствор добавить две-три капли фенолового красного и нейтрализовать 0,5 н раствором едкого натра, а затем 0,1 н раствором едкого натра до перехода желтой окраски раствора в розовую. Прилить 15 мл раствора инвертного сахара (маннита или глицерина), предварительно нейтрализованного по фенолфталеину, несколько капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра по розового окрашивания. Если от прибавления еще 5 мл инвертного сахара (маннита или глицерина) окраска не исчезнет, титрование считать законченным.

Содержание борной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора едкого натра по борной кислоте (теоретический титр 0,006183), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания алюминия объемным трипонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор
Аммоний уксуснокислый, 20-процентный раствор
Раствор буферный (приготовить в соответствии с разделом 5 справочного приложения 60)
Железо хлорное, соль
Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1
Метиловый красный, индикатор
Натр едкий, 20-процентный раствор
Стандартный раствор алюминия (приготовить в соответствии с разделом 4 справочного приложения 63)
Трилон Б, 0,1 н раствор
Хромоген черный, индикатор
Цинк уксуснокислый, 0,1 н раствор (установить соотношение между 0,1 н растворами трилона Б и уксуснокислого цинка)

Ход анализа

В мерную колбу вместимостью 250 мл отобрать 10 мл электролита, добавить 0,2 г хлорного железа (для лучшей коагуляции гидрата окиси титана), разбавить водой до 50 мл, прилить 50 мл раствора едкого натра, перемешать и осторожно нагревать до кипения. Охладить раствор до комнатной температуры, довести водой до метки, перемешать и отфильтровать через сухой фильтр в сухую колбу. Для определения алюминия в коническую колбу вместимостью 250 мл отобрать 100, 50 или 10 мл фильтрата (в зависимости от ожидаемого содержания алюминия в электролите), прилить две-три капли метилового красного, подкислить соляной кислотой и прилить ее избыток в количестве 5 мл. Кислый раствор нагревать до кипения, перемешать, прилить из бюретки 25 мл 0,1 н раствора трилона Б. Полученный раствор нейтрализовать раствором аммиака до желтого окрашивания, прилить к нему 5 мл буферного раствора, 10 мл раствора уксуснокислого аммония, охладить до комнатной температуры, добавить примерно 0,5 г черного хромогена и титровать 0,1 н раствором уксуснокислого цинка до перехода сине-зеленой окраски раствора в винно-красную.

Содержание алюминия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе при определении, мл;
b – объем 0,1 н раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка 0,1 н раствора трилона Б, мл;
ℓ – соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по алюминию (теоретический титр 0,00135), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 64
Справочное

АНАЛИЗ ХРОМОВО-БОРНОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ЭМАЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ

1. Определение содержания хромового ангидрида и окиси хрома титрованием двойной сернокислой солью железа в присутствии дифениламина

Производить в соответствии со справочным приложением 48. Для анализа брать 2,5 мл электролита.

2. Определение содержания борной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1 и 0,1 н раствор
Метиловый красный, индикатор
Натр едкий, 10-процентный и 0,1 н растворы
Раствор инвертного сахара
Спирт этиловый (или глицерин)
Фенолфталеин, индикатор

Ход анализа

30 мл электролита разбавить водой до 100 мл, прибавить 30 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 15 мл этилового спирта (или глицерина) и нагревать до перехода желтой окраски раствора в зеленую, что свидетельствует о восстановлении шестивалентного хрома до трехвалентного. Раствор кипятить до удаления уксусного альдегида (до исчезновения характерного запаха), образующегося при восстановлении хрома, перелить в мерную колбу вместимостью 500 мл, нагреть до кипения и при перемешивании прилить 120-150 мл горячего 10-процентного раствора едкого натра (прилить до полного осаждения гидратов окиси хрома и железа). Раствор с осадком гидратов перемешать, оставить на 10-15 мин, охладить, довести водой до метки и снова перемешать. Полученный раствор отфильтровать через сухой фильтр в сухую колбу. В стакан вместимостью 400 мл отобрать 250 мл фильтрата, нейтрализовать соляной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1, до образования осадка гидрата окиси алюминия, добавить 3-5 мл соляной кислоты для растворения выпавшего осадка и полученный раствор пропустить через колонку с катионитом СДВ-3 или другом в Н-форме со скоростью 10 мл/мин. Колонку и катиониты подготовить в соответствии со справочным приложением 70. Колонку промывать порциями воды по 20 мл с той же скоростью до нейтральной реакции по метиловому оранжевому, собирая фильтрат и промывные воды в колбу вместимостью 500 мл. В полученный раствор прилить две-три капли метилового красного и нейтрализовать 10-процентным раствором едкого натра до перехода красной окраски раствора в желтую, прилить 0,1 н раствор соляной кислоты (приливать до розового окрашивания раствора) и добавить 5 мл ее избытка. Раствор кипятить с обратным воздушным холодильником в течение 20-30 мин для удаления углекислого газа, быстро охладить, нейтрализовать избыток кислоты 0,1 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую. Прилить в раствор 15-20 мл инвертного сахара (или глицерина), предварительно нейтрализованного по фенолфталеину, несколько капель фенолфталеина и титровать полученный раствор 0,1 н раствором едкого натра до розового окрашивания. Если от прибавления еще 5 мл инвертного сахара (или глицерина) окраска не исчезнет, титрование считать законченным.

Содержание борной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m} \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,1 н раствора едкого натра по борной кислоте (теоретический титр 0,006183), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания хлора объемным меркуриметрическим методом

Реактивы

Кислота азотная (плотность 1,4), разбавленная в соотношении 1:5
Натрий нитропруссидный, 10-процентный раствор
Натрий хлористый, 0,1 н раствор
Ртуть азотнокислая (окисная), 0,1 н раствор

Ход анализа

10-50 мл электролита (в зависимости от содержания хлора) разбавить водой до 100 мл, прилить 5 мл азотной кислоты, 1 мл раствора нитропруссида натрия и титровать

полученный раствор 0,1 н раствором азотной ртути, приливая его из микробюретки до образования белой мути нитропруссида ртути, не исчезающей при взбалтывании раствора.

Содержание хлора Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, мл;
Т – титр 0,1 н раствора азотнокислой ртути по хлору (теоретический титр 0,00355), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

4. Определение содержания железа и алюминия объемным трилонометрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный раствор

Аммоний надсернокислый, 20-процентный раствор

Аммоний хлористый, соль

Раствор буферный (136 г уксуснокислого натрия и 50 мл 98-процентной уксусной кислоты растворить в 1 л раствора)

Кислота азотная (плотность 1,4)

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1 и примерно 1 н раствор

Кислота сульфосалициловая, индикатор, 10-процентный раствор

Стандартный раствор алюминия (1 г металлического алюминия марки А00, взвешенного с точностью до 0,0002 г, поместить в колбу вместимостью 250 мл и прилить 20-25 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, растворить при нагревании. Полученный раствор хлористого алюминия перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Содержание алюминия в растворе определить гравиметрическим методом, отбирая для анализа 20 мл стандартного раствора)

Стандартный раствор железа (2,8 г металлического железа типа "Армко", взвешенного с точностью до 0,0002 г, поместить в колбу вместимостью 250 мл и растворить при нагревании в 25 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. Полученный раствор хлорного железа перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Содержание железа в растворе определить гравиметрическим методом, отобрав для анализа 10 мл стандартного раствора)

Фенолфталеин, индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор

Железо хлорное, 0,05 М раствор (13,5 г хлорного железа растворить в небольшом количестве воды, к которой предварительно добавить 20 мл соляной кислоты (плотность 1,19), перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Установить соотношение между данным раствором и 0,1 н раствором трилона Б)

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл отобрать 2-20 мл электролита (в зависимости от содержания железа и алюминия), добавить 100 мл воды, 15 мл серной кислоты, 10 мл раствора надсернокислого аммония, содержимое нагреть и кипятить 10-15 мин (для окисления трехвалентного хрома). К горячему раствору добавить 4-5 г хлористого аммония и раствор аммиака (добавить до появления слабого запаха аммиака). Осадок гидратов окиси железа и алюминия коагулировать, отделить фильтрованием и промыть горячей водой. Воронка

с осадком гидратов перенести в колбу, где велось осаждение, растворить осадок на фильтре 20-30 мл горячей соляной кислоты и промыть фильтр пять-семь раз горячей водой. Полученный раствор нейтрализовать раствором аммиака до появления мути (гидратов), прилить 10 мл 1 н соляной кислоты (величина pH 1-3), нагреть до температуры 60-70 °С, прилить 1 мл раствора сульфосалициловой кислоты и титровать железо 0,1 н раствором трилона Б до перехода окраски сиренево-фиолетовой раствора в лимонно-желтую. В раствор после титрования железа прилить 25 мл 0,1 н раствора трилона Б, нагреть содержимое до температуры 80 °С, добавить несколько капель фенолфталеина и подщелачивать раствором аммиака до слаборозового окрашивания.

В полученный раствор прилить 20 мл буферного раствора (величина pH 5-6), содержимое кипятить 3 мин, охладить, прилить несколько капель раствора сульфосалициловой кислоты и титровать раствором хлорного железа до красно-кирпичного окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, израсходованный на титрование железа, мл;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по железу (теоретический титр 0,00279), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

Содержание алюминия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\ T \cdot 1000}{m}, \qquad (4)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора трилона Б, добавленный к пробе после титрования железа, мл;
b – объем раствора хлорного железа, израсходованный на титрование избытка 0,1 н раствора трилона Б, мл;
ℓ – соотношение между растворами трилона Б и хлорного железа;
T – титр 0,1 н раствора трилона Б по алюминию (теоретический титр 0,00135), г/мл;
m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 65
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ

1. Определение содержания бихромата натрия титрованием двойной сернокислой солью железа

Производить в соответствии с разделом 1 справочного приложения 48. Для анализа взять аликвотную часть раствора, содержащую 0,2 мл электролита (теоретический титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по бихромату натрия 0,00497 г/мл).

2. Определение содержания фосфорной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Аммиак водный, 25-процентный и 1-процентный растворы

Кислота азотная (плотность 1,41)

Кислота серная, 0,1 н раствор

Смесь магнезиальная (55 г хлористого магния и 70 г хлористого аммония растворить в 500 мл воды, добавить 250 мл 10-процентного раствора аммиака, довести водой до 1 л и перемешать)

Метиловый оранжевый, индикатор

Натр едкий, 0,1 н раствор (установить соотношение между 0,1 н растворами едкого натра и серной кислоты)

Ход анализа

Аликвотную часть раствора, содержащую 1 мл электролита, разбавить водой до 50 мл, добавить 10 мл азотной кислоты и кипятить раствор в течение нескольких минут. Затем раствор охладить, разбавить водой до 100 мл, прилить 50 мл магнезиальной смеси, нейтрализовать 25-процентным раствором аммиака по метиловому оранжевому, перемешать стеклянной палочкой, добавить еще 10 мл 25-процентного раствора аммиака и снова перемешать. Раствору с осадком фосфорнокислого магния-аммония дать отстояться в течение 1-2 ч, фильтровать через плотный фильтр с беззольной бумажной массой, промыть осадок 1-процентным раствором аммиака и три-четыре раза водой. Фильтр с осадком перенести в колбу, в которой велось осаждение, прилить 60-70 мл воды, разбить фильтр стеклянной палочкой, прибавить четыре-пять капель метилового оранжевого и из бюретки прилить 0,1 н раствор серной кислоты (приливать до розового окрашивания раствора) и добавить еще 5 мл серной кислоты. Раствор тщательно перемешать и через 10 мин титровать 0,1 н раствором едкого натра до желтого окрашивания.

Содержание фосфорной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b\ell)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора серной кислоты, добавленный для растворения осадка, мл;

b – объем 0,1 н раствора щелочи, израсходованный на титрование избытка 0,1 н раствора серной кислоты, мл;

ℓ – соотношение между растворами серной кислоты и едкого натра;

T – титр 0,1 н раствора серной кислоты по фосфорной кислоте (теоретический титр 0,00327), г/мл;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания гидрофторида аммония потенциометрическим методом

Реактивы

Аммиак, разбавленный в соотношении 1:1

Гидроксиламин солянокислый, 1-процентный раствор

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Натрий уксуснокислый, 50-процентный раствор

Натрий хлористый, соль

Натрий фтористый, 0,25 н раствор (10 г фтористого натрия растворить в горячей воде, отфильтровать в колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Титр раствора установить по стандартному раствору хлористого алюминия)

Стандартный раствор хлористого алюминия (1 г металлического алюминия растворить в 30 мл соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, добавить несколько капель азотной кислоты. Перелить раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой по метки и перемешать)

Ход анализа

К аликвотной части раствора, содержащей 0,25 мл электролита, добавить 15 мл соляной кислоты, 20 мл стандартного раствора хлористого алюминия, 10 мл раствора солянокислого гидроксиламина, раствор перемешать. Через 10 мин после восстановления хрома к раствору добавить две-три капли метилового оранжевого, раствор аммиака (прилить до ярко-желтого окрашивания), соляную кислоту (добавлять до кислой реакции) и еще 3 мл, затем в раствор добавить 10 г хлористого натрия, 20 мл раствора уксуснокислого натрия и титровать избыток хлористого алюминия 0,25 н раствором фтористого натрия до первого скачка потенциала.

Содержание гидрофторида аммония Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\,T \cdot 1000 \cdot 6{,}346}{m}, \qquad (2)$$

где a – объем раствора хлористого алюминия, добавленный к пробе, мл;

ℓ – соотношение между 0,25 н раствором хлористого алюминия;

b – объем 0,25 н раствора фтористого натрия, израсходованный на титрование избытка хлористого алюминия, мл;

T – титр 0,25 н раствора фтористого натрия по алюминию;

6,346 – коэффициент пересчета с алюминия на гидрофторид аммония;

m – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 66
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЩЕЛОЧНОГО ОКСИДИРОВАНИЯ СПАВ

1. Определение содержания едкого натра алкалиметрическим методом

Реактивы

Кислота соляная, 0,1 н раствор
Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1-процентный водный раствор
Фенолфталеин (индикатор), 0,1-процентный спиртовой раствор

Ход анализа

В мерную колбу вместимостью 200 мл отобрать 10 мл горячего анализируемого раствора, довести водой до метки и перемешать. Для определения щелочности отобрать в коническую

колбу вместимостью 250 мл раствора, разбавить водой до 100 мл, добавить три-четыре капли фенолфталеина и титровать 0,1 н раствором соляной кислоты до исчезновения розового окрашивания. Затем к раствору добавить две-три капли метилового оранжевого и снова титровать 0,1 н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в розовую.

Содержание едкого натра Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a - b)\ T\ 1000}{m}, \qquad (1)$$

где a – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином, мл;

b – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с метиловым оранжевым, мл;

T – титр 0,1 н раствора соляной кислоты по едкому натру (теоретический титр 0,004), г/мл;

m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания азотистокислого натрия объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Кислота щавелевая, 0,1 н раствор (установить соотношение между данным раствором и 0,1 н раствором марганцовокислого калия)

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 500 мл поместить 40-50 мл 0,1 н раствора марганцовокислого калия, подкисленного 10 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, отобрать 10 мл раствора из мерной колбы вместимостью 200 мл (см. раздел 1 настоящего приложения), что соответствует 0,5 мл анализируемого раствора, перемешать и добавить 20-40 мл 0,1 н раствора щавелевой кислоты, нагреть раствор до температуры 70-80 °С и титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания.

Содержание азотистокислого натрия Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{[(a + b) - c\ell]\ T\ \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где a – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, добавленный к пробе при определении, мл;

b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка щавелевой кислоты, мл;

c – объем 0,1 н раствора щавелевой кислоты, введенный для восстановления избытка марганцовокислого калия, мл;

ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и щавелевой кислоты;

T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по азотистокислому натрию (теоретический титр 0,00345), г/мл;

m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания железа фотоколориметрическим методом

Реактивы

Кислота сульфосалициловая, 10-процентный раствор
Аммиак, 25-процентный водный раствор
Кислота серная (плотность 1,84)
Квасцы железо-аммонийные, стандартный раствор железа

Ход анализа

10 мл исследуемого раствора поместить в мерную колбу вместимостью 100 мл, медленно по каплям прилить 10 мл серной кислоты, довести водой до метки.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – количество железа, найденного по графику, г;
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 и 0,9 г/л железа, медленно по каплям приливать 10 мл серной кислоты, довести водой до метки и перемешать. Для фотоэлектроколориметрирования 1 мл раствора перенести в мерную колбу вместимостью 50 мл, прибавить 10 мл сульфосалициловой кислоты, 10 мл аммиака. Содержимое колбы довести водой до метки, перемешать и через 5 мин измерить оптическую плотность окрашенных растворов относительно холостой пробы на фотоколориметре с синим светофильтром в кювете длиной 30 мм.

ПРИЛОЖЕНИЕ 67
Справочное

АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ПОЛИРОВАНИЯ СТАЛИ

1. Определение содержания хромового ангидрида объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор (40 г соли Мора растворить в 100 мл воды, прилить 50 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, довести водой до 1 л и перемешать. Установить соотношение между данным раствором и 0,1 н раствором марганцовокислого калия)

Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:1 и 1:5

Ход анализа

10 г электролита разбавить до 200 мл, отобрать 25 мл раствора в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавить 100 мл воды, 20 мл серной кислоты, разбавленной в

соотношении 1:5, и из бюретки приливать отмерённое количество раствора соли Мора до перехода желтой окраски раствора в зеленую, что свидетельствует о полном восстановлении шестивалентного хрома. Избыток соли Мора титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания раствора.

Содержание хромового ангидрида Н в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\ T \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе при определении, мл;
ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и соли Мора;
b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора, мл;
Т – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по хромовому ангидриду (теоретический титр 0,00333), г/мл;
m – количество электролита, взятое на анализ, г.

2. Определение содержания окиси хрома объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Аммоний надсернокислый, свежеприготовленный, 20-процентный раствор
Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5
Марганец сернокислый, 10-процентный раствор
Натрий хлористый, 5-процентный раствор
Серебро азотнокислое, 1-процентный раствор

Ход анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл отобрать 25 мл раствора из мерной колбы вместимостью 200 мл (по п. 1 настоящего приложения), прилить 100 мл воды, 20 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, несколько капель 10-процентного раствора сернокислого марганца, 5 мл 1-процентного раствора азотно-кислого серебра, 10 мл 20-процентного раствора надсернокислого аммония, нагреть и кипятить 3-5 мин. Добавить 5 мл 5-процентного раствора хлористого натрия и кипятить до желтого окрашивания раствора и коагуляции осадка хлористого серебра. После этого раствор охладить и из бюретки прилить раствор соли Мора в количестве, равном затраченному при определении хромового ангидрида. Избыток соли Мора титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания.

Содержание окиси хрома Н в процентах рассчитывать по формуле

$$H = \frac{[(a\ell - c) - (a\ell - b)]\ T \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где **а** – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе при определении, мл;
ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и соли Мора;
с – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора при определении окиси хрома, мл;

b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора (по разделу 1 настоящего приложения), мл;

Т – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по окиси хрома (теоретический титр 0,00253), г/мл;

m – количество электролита, взятое на анализ, г.

3. Определение содержания железа фотоколориметрическим методом

Реактивы

Кислота серная, разбавленная в соотношении 1:4
Аммоний роданистый, 10-процентный раствор
Стандартный раствор железа (1 мл раствора содержит 1 мг железа)

Ход анализа

1 мл стандартного раствора разбавить водой до 100 мл в мерной колбе (раствор 1). 1 мл рабочего электролита разбавить водой в мерной колбе вместимостью 100 мл (раствор 2). 1 мл раствора 2 перенести в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавить 2 мл серной кислоты и довести водой до метки (раствор 3). 10 мл раствора 1 перенести в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавить 2 мл серной кислоты и довести водой до метки (раствор 4). 1 мл раствора 2 перенести в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавить 2 мл серной кислоты, 10 мл роданистого аммония и довести водой до метки (раствор 5). 10 мл раствора 1 перенести в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавить 2 мл серной кислоты, 10 мл аммония и довести водой до метки (раствор 6). Измерить оптическую плотность раствора 5 относительно раствора 3, затем оптическую плотность раствора 6 относительно раствора 4 на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете длиной 20 мм.

Содержание железа Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{d_1 \cdot 10 \cdot 0{,}0001 \cdot 1000}{d_2 \cdot 0{,}01}, \qquad (3)$$

где d_1 – оптическая плотность раствора 5;
10 – объем раствора 1, мл;
0,00001 – содержание железа, г/мл;
d_2 – оптическая плотность раствора 6;
0,01 – объем электролита, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 68
Справочное

АНАЛИЗ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОСВЕТЛЕНИЯ И ПАССИВИРОВАНИЯ

1. Определение содержания хромового ангидрида объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Соль железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор (40 г соли Мора растворить в 100 мл воды, прилить 50 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, перелить в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Установить соотношение между данным раствором и 0,1 н раствором марганцовокислого калия)

Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор

Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5 и 1:1

Ход анализа

Анализируемый раствор развести в мерной колбе вместимостью 100 мл, отобрать в коническую колбу вместимостью 250 мл аликвотную часть, содержащую 0,5 мл анализируемого раствора, прилить 100 мл воды, 20 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и из бюретки приливать отмеренное количество раствора соли Мора (40–50 мл) по перехода желтой окраски раствора в зеленую, что свидетельствует о полном восстановлении шестивалентного хрома до трехвалентного. Избыток соли Мора титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания раствора.

Содержание хромового ангидрида Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (1)$$

где
- a – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе при определении, мл;
- ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и соли Мора;
- b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора, мл;
- T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по хромовому ангидриду (теоретический титр 0,00333), г/мл;
- m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

2. Определение содержания азотной кислоты объемным ацидиметрическим методом

Реактивы

Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1-процентный водный раствор

Натр едкий, 0,2 н раствор

Ход анализа

В колбу вместимостью 250 мл отобрать 10 мл анализируемого раствора, прилить 100 мл воды, 1-2 капли метилового оранжевого и титровать 0,2 н раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую.

Содержание свободной азотной кислоты Н в граммах на литр рассчитывать по формуле

$$H = \frac{a\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где **a** – объем 0,2 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
T – титр 0,2 н раствора едкого натра по азотной кислоте (теоретический титр 0,012604), г/мл;
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

3. Определение содержания двухромовокислого аммония или двухромовокислого натрия объемным перманганатометрическим методом

Реактивы

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая – соль Мора, 0,1 н раствор
Калий марганцовокислый, 0,1 н раствор
Кислота серная (плотность 1,84), разбавленная в соотношении 1:5 и 1:1

Ход анализа

Анализируемый раствор развести в мерной колбе и отобрать в коническую колбу вместимостью 250 мл аликвотную часть раствора, содержащую 0,5-2,0 мл анализируемого раствора, прилить 150 мл воды, 15 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и из бюретки добавлять отмеренное количество (25-30 мл) раствора соли Мора до перехода желтой окраски раствора в зеленую, что свидетельствует о полном восстановлении шестивалентного хрома до трехвалентного. Избыток соли Мора титровать 0,1 н раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания раствора.

Содержание двухромовокислому аммония Н в граммах на литр (или двухромовокислого натрия) рассчитывать по формуле

$$H = \frac{(a\ell - b)\,T \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где **a** – объем 0,1 н раствора соли Мора, добавленный к пробе при определении, мл;
ℓ – соотношение между растворами марганцовокислого калия и соли Мора;
b – объем 0,1 н раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, мл;
T – титр 0,1 н раствора марганцовокислого калия по двухромовокислому аммонию или двухромовокислому натрию (теоретический титр по двухромовокислому аммонию 0,00420, по двухромовокислому натрию 0,00497), г/мл;
m – объем раствора, взятый на анализ, мл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 69
Справочное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ ТИТРОВ

Наиболее употребляемые титрованные растворы приготовляют из соответствующих фиксаналов, выпускаемых "Союзреактивом". При соблюдении правил приготовления титрованного раствора из фиксанала проверка концентрации его не требуется, а для расчета используется теоретический титр.

В случае отсутствия фиксаналов титрованные растворы приготовляют из химически чистых веществ. В этом случае необходимо определять нормальность или титр раствора, или поправочный коэффициент.

Соотношение между нормальностью, титром раствора и поправочным коэффициентом выражаются формулой

$$K = \frac{N_{пр.}}{N_{т.}} = \frac{T_{пр.}}{T_{т.}}, \qquad (1)$$

где K – поправочный коэффициент, показывающий, во сколько раз практическая нормальность или практический титр раствора больше или меньше теоретической нормальности или теоретического титра;

$N_{пр.}$ – практическая нормальность раствора;

$N_{т.}$ – теоретическая нормальность раствора;

$T_{пр.}$ – практический титр раствора;

$T_{т.}$ – теоретический титр раствора.

Кислота азотная, 1 н раствор. В мерную колбу вместимостью 1 л поместить 500 мл воды, прилить при перемешивании 63 мл азотной кислоты (плотность 1,4), довести водой до метки и перемешать. Практический титр раствора определять по 1 н раствору углекислого натрия, для приготовления которого отвесить на аналитических весах 53,0 г углекислого натрия (безводного), растворить в воде, перелить раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, довести водой до метки и перемешать. Отобрать 20 мл 1 н раствора (или отвесить около 1 г) углекислого натрия, разбавить водой до 40 мл, прибавить две капли метилового оранжевого и титровать раствором азотной кислоты до перехода розовой окраски раствора в оранжевую.

Кислота серная 0,5 н раствор. В мерную колбу вместимостью 1 л поместить 500 мл воды, прилить при перемешивании 13,8 мл серной кислоты (плотность 1,84), довести водой до метки и перемешать. Практический титр раствора определять по навеске (около 0,5 г углекислого натрия) или по 0,5 н раствору углекислого натрия, для приготовления которого берут 26,5 г углекислого натрия (безводного). Последующие операции приготовления этого раствора и определение практического титра раствора серной кислоты производить так же, как и для 1 н раствора азотной кислоты.

Кислота серная, 0,1 н раствор. В мерную колбу вместимостью 1 л поместить 500 мл воды, прилить 2,8 мл серной кислоты (плотность 1,84), долить водой до метки и перемешать. Практический титр определять по навеске (около 0,1 г углекислого натрия) или по 0,1 н раствору углекислого натрия, для приготовления которого берут 5,3 углекислого натрия (безводного). Последующие операции приготовления этого раствора и определение практического титра производить так же, как и для 1 н раствора азотной кислоты.

Кислота соляная, 1 н раствор. В мерную колбу вместимостью 1 л поместить 500 мл воды, прилить при перемешивании 85 мл соляной кислоты (плотность 1,19), довести водой до метки и перемешать. Практический титр раствора определять так же, как и для 0,5 н раствора серной кислоты.

Кислота соляная, 0,2 н раствор. В мерную колбу вместимостью 1 л поместить 500 мл воды, прилить при перемешивании 17 мл соляной кислоты (плотность 1,19), довести водой по

метки и перемешать. Практический титр раствора определять по навеске (около 0,2 г углекислого натрия) или по 0,2 н раствору углекислого натрия (безводного). Приготовление этого раствора и определение практического титра производить так же, как и для 1 н раствора азотной кислоты.

Кислота соляная, 0,1 н раствор. В мерную колбу вместимостью 1 л поместить 500 мл воды, прилить при перемешивании 8,5 мл соляной кислоты (плотность 1,19), довести водой до метки и перемешать. Практический титр раствора определять так же, как и для 0,1 н раствора серной кислоты.

Натр едкий, 0,5 н раствор. Приготовить концентрированный раствор едкого натра, содержащий примерно 600 г/л едкого натра, и выдерживать в течение 2-3 дней, определить в нем содержание едкого натра, проверить на отсутствие углекислого натрия титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым и приготовить из него 0,5 н раствор.

В настоящем стандарте принят метод расчета количества вещества в единице объема или массы с применением титра раствора.

Практический титр раствора $T_э$ в граммах на литр устанавливать при помощи определенной навески соответствующего вещества или определенного объема раствора с известной концентрацией. В первом случае

$$T_э = \frac{H \cdot Э_1}{Э \cdot a}, \qquad (2)$$

где H – навеска вещества, с помощью которой определяют практический титр, г;
$Э_1$ – грамм-эквивалентная масса вещества, по которой необходимо выразить практический титр;
Э – грамм-эквивалентная масса вещества, с помощью которой определяют титр;
a – объем раствора, израсходованный на титрование, мл.

Во втором случае

$$T = \frac{a \cdot T_1 \cdot Э_1}{Э \cdot m}, \qquad (3)$$

где a – объем раствора с известной концентрацией, взятый для определения титра, мл;
T_1 – титр раствора с известной концентрацией, г/мл;
$Э_1$ – грамм-эквивалентная масса вещества, по которой необходимо выразить практический титр;
Э – грамм-эквивалентная масса вещества, с помощью которой определяют титр;
m – объем раствора, израсходованный при определении титра, мл.

Практический титр раствора определить по 0,5 н раствору соляной или серной кислоты с метиловым оранжевым

ПРИЛОЖЕНИЕ 70
Справочное

ПОДГОТОВКА ИОНИТОВ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ИХ РЕГЕНЕРАЦИЯ

Катиониты

Реактивы

Аммоний роданистый, 1-процентный раствор

Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1-процентный водный раствор

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Реактивы на соответствующий ион

10-15 г воздушно-сухих катионитов СДВ-3, СБС-1 или других поместить в стакан вместимостью 200 мл, залить теплой водой и оставить для набухания на 12-14 ч. Затем воду слить и катионит промывать дистиллированной водой, декантируя до тех пор, пока промывная вода не станет прозрачной. После этого в нижнюю часть колонки поместить тампон из стеклянной ваты, налить в колонку 20-30 мл дистиллированной воды и перевести в нее один из катионитов. В слое катионита не должно быть пузырей воздуха. В колонке катионит отмыть от минеральных примесей и одновременно перевести в Н-формулу, промывая со скоростью 10 мл/мин соляной кислотой до отрицательной реакции на ион железа (установить качественной пробой с роданистым аммонием). После этого катионит промывать водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому, спуская воду струей.

Подготовка сульфоугля. 150-200 г сульфоугля поместить в стакан вместимостью 1 л, залить горячей соляной кислотой и оставить на 8-10 ч. Затем кислоту слить, а сульфоуголь промывать декантацией холодной соляной кислотой до исчезновения желтой окраски раствора. После этого сульфоуголь промыть дистиллированной водой, декантируя до тех пор, пока промывная вода не станет прозрачной. Сульфоуголь перенести в колбу и далее обрабатывать так же, как и катиониты СДВ-3 и СБС-1.

Регенерация. Катионит регенерировать после каждого катионирования. Для этого катионит с поглощенными ионами металла (железо, никель, цинк и др.) промывать соляной кислотой порциями по 15-20 мл: сначала два-три раза со скоростью 10 мл/мин, а затем со скоростью 3-4 мл/мин до отрицательной реакции на ионы поглощенного металла для установления качественной пробы с соответствующим реактивом (например, никель с диметилглиоксимом, железо с роданистым аммонием). Далее катионит промывать дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по метиловому оранжевому. Регенерированный катионит пригоден для повторного использования. Сульфоуголь регенерировать нецелесообразно.

Аниониты

Реактивы

Аммоний роданистый, 1-процентный раствор

Кислота соляная (плотность 1,19), разбавленная в соотношении 1:1

Натр едкий, 4 н раствор

Серебро азотнокислое, 1-процентный раствор

Фенолфталеин индикатор, 0,1-процентный спиртовой раствор

Реактивы на соответствующий ион

10-15 г воздушно-сухого анионита поместить в стакан вместимостью 200 мл, залить теплой водой и оставить для набухания на 10-12 ч. Затем воду слить и анионит промывать от минеральных примесей соляной кислотой до отрицательной реакции на ионы железа для установления качественной пробы с роданистым аммонием. После этого анионит промывать водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. В нижнюю часть колонки поместить тампон из стеклянной ваты, залить в колонку 20-30 мл дистиллированной воды и перевести в нее анионит (в слое анионита не должно быть пузырей воздуха). В колонке анионит перевести в гидроксильную форму, промывая 4 н раствором едкого натра со скоростью 10 мл/мин до отрицательной реакции на ионы хлора для установления качественной пробы с азотнокислым серебром. Обработанный раствором едкого натра анионит промывать водой до нейтральной реакции по фенолфталеину и использовать для поглощения анионов.

Регенерация. Анионит регенерировать после каждого анионирования. Для этого анионит с поглощенными анионами промывать 4 н раствором едкого натра: сначала два-три раза со скоростью 10 мл/мин, а затем со скоростью 3-4 мл/мин до отрицательной реакции на соответствующий анион. После этого анионит промывать дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по фенолфталеину. Регенерированный анионит пригоден для повторного использования.

МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИЗОЛИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЕТАЛЕЙ И

Наименование материала	Условия нанесения	Время промежуточной сушки каждого слоя, мин
	Подготовку поверхности деталей и подвесок перед нанесением изоляции производить по картам 1, 2, 5, 13	
Мастичные*		
Состав I Воск пчелиный (37,5-65 %) Парафины нефтяные твердые (12,5-25 %) Канифоль сосновая (10-50 %)	Составы I-IУ наносить в один-два слоя кистью, шпателем или окунанием	От 10 до 20
Состав II Воск пчелиный (50-70 %) Канифоль сосновая (30-50 %)		
Состав III Канифоль сосновая (33,3 %) Церезин (30,0 %) Парафины нефтяные твердые (36,7 %)		
Состав IУ Воск пчелиный (10 %) Канифоль сосновая (10 %) Битум (10 %) Парафины нефтяные твердые (70 %)		
Пленочные		
Эмаль ХВ-1100 белая Эмаль ХВ-1100 шаровая Эмаль ХВ-785 серая Эмаль ХВ-785 красно-коричневая	Наносить в три-четыре слоя пульверизатором, окунанием, кистью. Слой изоляции после высыхания должен образовывать ровную гладкую пленку без морщин, оспин потеков. Вязкость лаков и эмалей при нанесении методом пневматического распыления по ОСТ 4Г 0.054.205 для способов окунания и нанесения кистью подбирать	От 10 до 20 От 10 до 20
Лаки ХВ-784 (растворители Лак ХВ-5179 Р-4 и Р-5)		От 10 до 20
Лак АК-113 (растворитель Лак АК-113Ф Р-5) Клей БФ-4 (растворитель - спирт этиловый)		От 10 до 20

ПРИЛОЖЕНИЕ 71
Справочное

ПОДВЕСОК, НЕ ПОДЛЕЖАЩИХ НАНЕСЕНИЮ ПОКРЫТИЙ

Окончательное время сушки, мин		Характеристика среды	Способы удаления материала
на воздухе при температуре 18–23 °С	в сушильном шкафу		
От 40 до 60	–	Кислые и щелочные електролиты с температурой 35 °С	Погружение деталей в кипящую воду. Остатки изолирующего материала снять в растворе моющего средства ТМС-31, взятого в количестве 50–80 г/л при температуре 70–80 °С в течение 0,5–1 мин
180	40 (при температуре 110–120 °С)	Кислые и слабощелочные электролиты с температурой до 35 °С	Погружение деталей в горячую воду. Снятие остатков изолирующего материала допускается в соответствующем растворителе
60	15–20 (при температуре 110–120 °С)		
60	15–20 (при температуре 110–120 °С)		
	240 (при температуре 80–100 °С	Щелочные электролиты и органические растворители с температурой до 80 °С	

Наименование материала	Условия нанесения	Время промежуточной сушки каждого слоя, мин
	кистью подбирать опытным путем	
Лак эпоксидный ЭП-730 (растворитель: ксилол, ацетон, этилцеллозольва (в соотношении 4:3:3)**		От 20 до 30
Клей резиновый**		
Пластикат полихлорвиниловый марки "Пластизоль Д-2А**		
Нитроклей АК-20 (растворитель 645 или ацетон)		От 50 до 60
Лаки марок ХВ-5179 и ХВ-784 (в соотношении 1:1)***		От 10 до 20
Клей перхлорвиниловый марки ХВК-2А (растворитель циклогексанол или етилацетат)		30
Состав ХП-1 белый****	Наносить кистью в 4 слоя	10
Состав ХП-2 зеленый****		
Специальные накладки		
Винипласт	Закрыть накладками внутренние полости, отверстия, резьбу и другие поверхности на деталях	
Фторопласт-2М		
Сталь нержавеющая		
Фольга свинцовая		
Стекло органическое		
Лента полиэтиленовая с липким слоем		
Пленка полиэтиленовая		
Резина марок ИРП-1267 и ИРП-1266		
Лента поливинилхлоридная электроизоляционная		

Примечания:

1. *Для приготовления мастичных составов I-IV составляющие компоненты смешать в течение 10-40 ч до появления дыма над поверхностью расплава. Температуру и время горания. Рабочая температура составов I-IV 80-90 °С.

2. **Применять для изоляции подвесочных приспособлений.

3. ***Для получения цветной пленки допускается подкрашивание лаков суданом или

4. ****Состав ХП-1 представляет собой двухкомпонентную систему, состоящую из полу содержащей смолы, с добавкой актиадгезива) и продукта МСН-7-50; смешиваемых перед стему, состоящую из полуфабриката зеленого цвета (суспензия пигмента окиси хрома и напол ва и ингибитора) и продукта МСН-7-50, смешиваемых перед применением в соотношении утоньшений по краям; периодически промывать кисть в ксилоле от остатков загустевшего со превышать 1 сут.

Продолжение

Окончательное время сушки, мин		Характеристика среды	Способы удаления материала
на воздухе при температуре 18–23 °С	в сушильном шкафу		
	60 (при температуре 130–140 °С)	Кислые и щелочные электролиты	
24 ч		Кислые электролиты с температурой до 98 °С. Цианистые электролиты с температурой до 40 °С	
От 60 до 80	40–60 (при температуре 50–60 °С)		
60	30 (при температуре 40–50 °С)	Кислые и слабощелочные электролиты с температурой 15–25 °С	Растворение циклогексанолом или этилацетатом
24 ч	5–6 ч (при температуре 50–60 °С)	Кислые и щелочные электролиты с температурой до 98 °С	Надрезание по кромке, снятие "чулком"
		Кислые электролиты с температурой до 100 °С	Снятие накладки вручную

и растопить до полного расплавления. Смесь выдерживать при температуре от 60 до 90 °С выпаривания влаги для каждой партии воска подбирать опытным путем, не допуская его вы-

малахитовым зеленым в количестве 0,5 г/л.

фабриката состава (суспензия пигмента двуокиси титана в растворе полимеризационной хлор применением в соотношении 100:4,5. Состав ХП-2 представляет собой двухкомпонентную си- нителя – талька в растворе полимеризационной хлорсодержащей смолы с добавкой антиоксе 100:3. Жизнеспособность с момента смешивания составляющих 1,0–1,5 ч. Наносить без ства; интервал между окончательной сушкой и началом гальванической обработки не допуск

ПРИЛОЖЕНИЕ 72
Справочное

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТОДАМ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ И ВОЗВРАТА ПРОМЫВНЫХ ВОД В ПРОИЗВОДСТВО

1. С целью охраны окружающей среды, экономии цветных металлов и воды, качественной очистки сточных вод гальванических цехов следует предусматривать:

1.1. Задержку манипулятора на ванной для нанесения покрытий на 10–12 с со встряхиванием. Барабаны должны быть снабжены устройством для подачи сжатого воздуха и обдува деталей в момент подъема из ванны и нахождения барабана над ванной.

1.2. Промывку деталей после нанесения покрытий производить в ванне-улавливателе с непроточной водой, а затем в ваннах каскадного типа с проточной водой. Если рабочая температура ванны для нанесения покрытий не превышает 30 °С, в ванне-улавливателе следует применять воду, обессоленную дистилляцией или ионным обменом. Перед возвратом раствора в основную ванну он должен быть сконцентрирован (упарен).

1.3. Время промывки не менее 20 с.

1.4. Двух-трех каскадную комбинированную промывку с подачей воды через щелевые форсунки на поверхность изделий во время их подъема из ванны и слив воды (снизу ванны).

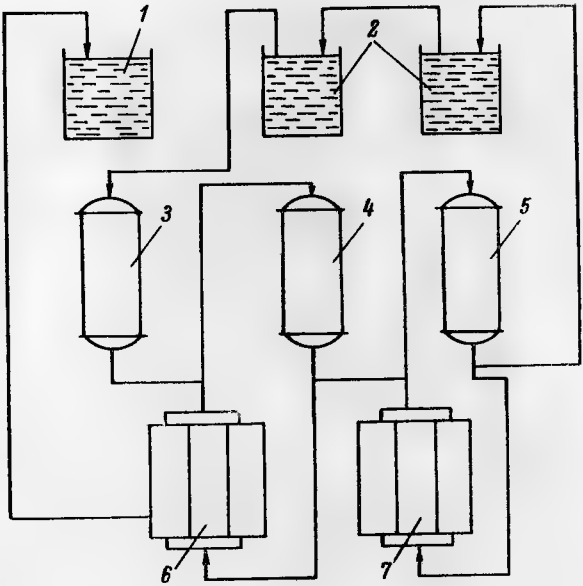
1.5. Применение локальной очистки сточных вод (организация повторного использования очищенной воды и химикатов с помощью ионообменной технологии, электрохимические методы (электрокоагуляция, электродиализ), методы испарения, обратного осмоса (гиперфильтрация, ультрафильтрация).

2. Ионообменный метод. Рекомендуется применять для обезвреживания промывных стоков с небольшими концентрациями загрязнений (0,5–1 г/л) и может использоваться как метод доочистки сточных вод после реагентной очистки, электродиализной обработки. Может быть применен для очистки от солей хрома, тяжелых металлов (медь, никель, цинк, кадмий, свинец). Для очистки промывных вод и отработанных электролитов использовать отечественные катиониты (КУ-2, КУ-23, КБ-4, КБ-4П) и аниониты (АВ-17, АВ-17П, АН-22, АН-221). Локальная система повторного использования воды и химикатов с использованием ионообменного способа очистки приведена на черт. 1. Растворы соли и щелочи необходимы для регенерации катионита и анионита. Получающиеся элюаты аналогичны составу основного электролита и могут использоваться в производстве повторно.

3. Электрохимический метод. Очистку сточных вод методом электрохимической коагуляции рекомендуется применять для удаления (восстановления) шестивалентного хрома и ионов тяжелых металлов. Метод электрохимической коагуляции целесообразно применять при исходной концентрации шестивалентного хрома до 100 мг/л, исходной величине pH сточных вод 3,5–7,0, без смешивания с другими видами стоков, при исходной суммарной концентрации ионов тяжелых металлов до 100 мг/л.

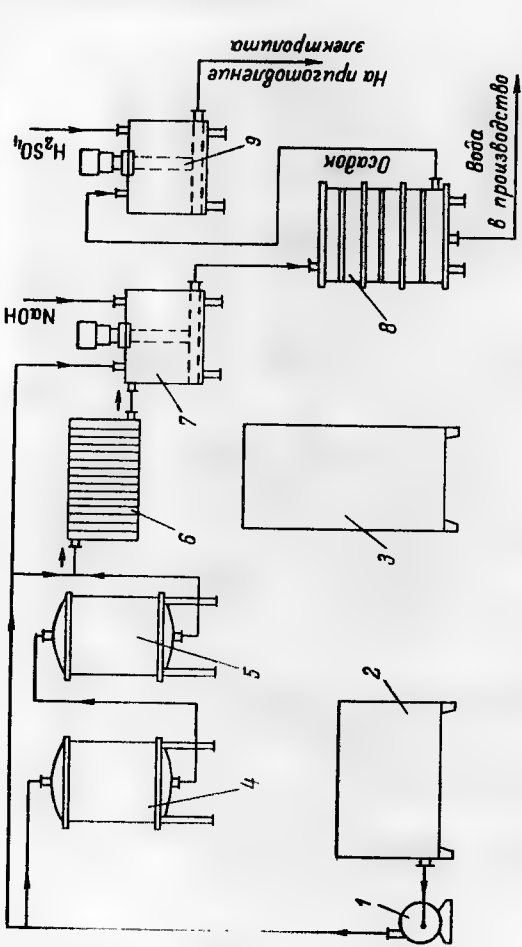
3.1. Извлечение металлов из электролитов осуществляется осаждением на катод (из осаждаемого металла, титана, нержавеющей стали) при интенсивном перемешивании электролита. Анод может быть нерастворимым (титан, нержавеющая сталь, углеграфитовый). Осаждение металла производить при уменьшающейся со временем осаждения плотности тока. Конечная плотность тока не менее 0,1 А/дм^2, начальная подбирается опытным путем. Осаждение проводить до содержания в электролите основного металла не менее 0,2 г/л. Осажденный металл использовать либо как анодный материал или как продукт для вторичной переработки. Последовательность операции очистки промывных вод электрохимическим способом приведена на черт. 2.

4. Метод электродиализа. Рекомендуется применять для очистки промывных вод концентрацией до 500 мг/л после операций хромирования, пассивирования цинковых и кадмиевых покрытий, меднения, химического меднения на установках для обессоливания воды типа ЭДЧ-400.



1 – ванна гальваническая; 2 – ванны каскадной промывки; 3 – фильтр угольный; 4 – фильтр катионитовый; 5 – фильтр анионитовый; 6 – емкость с раствором соли; 7 – емкость со щелочью

Черт. 1



1 – насос центробежный; 2 – сборник; 3 – выпрямитель; 4 – фильтр адсорбционный; 5 – фильтр катионитовый; 6 – электролизер с объемно-пористыми электродами с развитой поверхностью; 7 – реактор; 8 – фильтр-пресс; 9 – реактор

Черт. 2

5. Методы обратного осмоса (гиперфильтрации), ультрафильтрации. Методы предусматривают продавливание водных растворов солей через пористые мембраны под давлением 6,3 МПа. Обратный осмос целесообразно применять для стоков от ванн с электролитами, содержащими блескообразующие и выравнивающие компоненты, а также от ванн с растворами, содержащими масла. Последовательность операции утилизации электролитов способами электродиализа, обратного осмоса, выпаривания и использования очищенной воды приведены на черт. 3.

6. Метод упаривания. Метод упаривания под вакуумом в выпарных аппаратах при температуре кипения воды 60–65 °С следует применять для упаривания щелочных электролитов, в том числе цианистых. При этом не требуется химических реагентов для обработки сточных вод, исключается необходимость обработки осадков. Процент извлечения ценных компонентов 90–95.

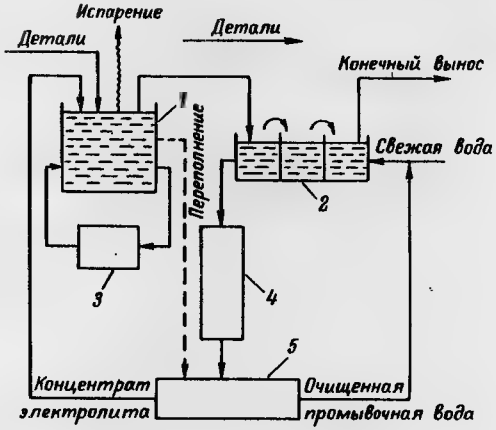
7. Химические методы извлечения металлов в виде их солей.

7.1. Извлечение серебра. Предусматривает извлечение серебра путем осаждения хлористым натрием. Раствор отфильтровать от механических примесей и при тщательном перемешивании побавлять по расчету хлористый натрий до тех пор, пока в отбираемой пробе раствора не прекратится появление белой мути. Раствору дать отстояться не менее 12 ч, проверить полноту осаждения хлористым натрием и отфильтровать осадок хлористого серебра. Осадок перенести на фильтр из плотной фильтровальной ткани и промывать холодной водой до устранения хлора в промывной воде, далее осадок сушить при температуре 100–120 °С до содержания влаги не более 10 %. Полученное хлористое серебро может быть использовано для приготовления электролитов или сдается как вторичное сырье.

7.2. Извлечение золота осуществляется восстановлением золота до металла при контакте с алюминием в щелочной среде. Раствор отфильтровать от механических примесей, подщелочить до величины pH 11–13 50-процентным раствором едкого натра, нагреть до температуры 70–80 °С, ввести полоски из листового алюминия толщиной до 0,5 мм. Полноту извлечения золота проверять по сохранению блеска поверхности алюминиевой полоски. Металлическое золото, выпавшее в растворе, отфильтровать и промыть водой. Алюминиевые полоски с осажденным золотом обрабатывать соляной кислотой (плотность 1,19) до полного растворения алюминия. Полученный раствор профильтровать. Отмытое золото перенести в фарфоровый тигель и прокаливать при температуре 900 °С в течение 30 мин. Полученное металлическое золото может быть использовано при приготовлении и корректировании электролитов.

7.3. Извлечение палладия производят путем осаждения соляной кислотой. Раствор отфильтровать от механических примесей, ввести соляную кислоту (плотность 1,19) из расчета 100 г кислоты на 200 г металлического палладия. Кислоту вводить порциями с промежутками во времени 10–15 мин при перемешивании. Полноту осаждения проверить, добавляя небольшой избыток соляной кислоты. Отфильтровать осадок диаминохлорида палладии, промыть четыре-пять раз 1-процентным раствором соляной кислоты и затем холодной водой до нейтральной реакции. Полученный диаминохлорид палладия используется для приготовления и корректирования аминохлоридного и сульфаматного электролитов палладирования, а также может быть сдан как вторичное сырье.

7.4. Извлечение родия производят путем добавления в электролит 40-процентного раствора едкого кали до нейтрализации серной кислоты и выпадения гидроокиси родия. Раствор щелочи следует приливать осторожно, так как гидроокись частично растворяется в избытке щелочи. Полноту осаждения проверять добавлением к раствору двух-трех капель фенолфталеина Появление легкого окрашивания свидетельствует о полном осаждении гидроокиси. Осадок отфильтровать и промыть 5-процентным раствором сернокислого калия до устранения ионов хлора (качественная реакция с азотнокислым серебром) и еще два-три раза промыть водой для удаления сернокислого калия и растворять в подогретом до 40–50 °С растворе серной кислоты. Образуется раствор сернокислого родия, который используется для приготовления и корректирования электролита.



1 – ванна гальваническая; 2 – ванны каскадные промывные; 3 – фильтр угольный; 4 – фильтр; 5 – установка очистки воды (электродиализная, обратно-осмотическая, испарительная)

Черт. 3

ПРИЛОЖЕНИЕ 73
Справочное

РАСЧЕТ НОРМ ВРЕМЕНИ НА НАНЕСЕНИЕ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

1. Основное время на нанесение гальванических покрытий включает:

время, в течение которого деталь, находясь в ванне (основной), покрывается слоем металла;

время выдержки деталей в ваннах подготовки поверхностей деталей и в ваннах дополнительной обработки.

Основное время в минутах, в течение которого деталь, находясь в ванне, покрывается слоем металла заданной толщины, определяется по формуле

$$T_{\text{м}} = \frac{\delta \gamma \cdot 1000 \cdot 60}{Дк \cdot C \eta}, \qquad (1)$$

где δ – средняя толщина слоя покрытия, мм;
γ – удельная масса осаждаемого металла, г/см^3;
$Д_к$ – катодная плотность тока, А/дм^2;
C – электрохимический эквивалент количества металла, выделяющегося за 1 г/(А·ч);
η – выход по току (отношение фактически полученного количества металла на электроде к теоретически рассчитанному), %.

2. Оперативное время – сумма основного и вспомогательного времени. Оперативное время подразделяется на перекрываемое и неперекрываемое.

К перекрываемому оперативному времени относят время, затрачиваемое на операции подготовки поверхностей деталей (обезжиривание, промывка, декапирование и т.п.), выполняемые за период работы основной ванны.

Неперекрываемое оперативное время включает время, затрачиваемое на промывку, нейтрализацию, осветление и другие операции, следующие за операцией нанесения покрытия, если они выполняются, когда основная ванна отключена.

Оперативное время для каждой из этих операций определяют по формуле

$$t_{\text{оп}} = t_{\text{о}} + t_{\text{в}}, \qquad (2)$$

где $t_{\text{о}}$ – основное время, затрачиваемое на выполнение дополнительных операций;
$t_{\text{в}}$ – вспомогательное время, затрачиваемое на загрузку, выгрузку и перемещение приспособлений с деталями.

Неперекрываемое оперативное время, затрачиваемое на выполнение всех операций, определять по формуле

$$T_{\text{оп.н}} = \sum t_{\text{оп.н}} \cdot a, \qquad (3)$$

где $\sum t_{\text{оп.н}}$ – сумма оперативного неперекрываемого времени для одного приспособления, затрачиваемого на выполнение всех операций технологического процесса, выполняемых после нанесения покрытия, кроме операции сушки в сушильном шкафу, мин;
a – число загрузок в ванну.

3. Вспомогательное время – время, в течение которого производится монтаж деталей на приспособления и демонтаж их, загрузка приспособлений с деталями в ванну и выгрузка их, переходы рабочего от ванны к ванне и т.п. Некоторые на этих операций выполняются во время работы основной ванны, поэтому вспомогательное время подразделяется на перекрываемое и неперекрываемое.

3.1. К перекрываемому вспомогательному времени относится время, в течение которого за период работы основной ванны выполняются некоторые операции, например протирка деталей, изолирование, монтаж деталей на приспособление, демонтаж их и т.п.

3.2. Загрузку деталей в основную ванну и выгрузку их из нее нельзя выполнять во время работы основной ванны, поэтому это время относится к неперекрываемому вспомогательному времени.

Вспомогательное неперекрываемое время, затрачиваемое на полную загрузку деталей в основную ванну и выгрузку их из ванны, в минутах определяют по формуле

$$T_{в.н} = t_{в.н}\ a\ , \qquad (4)$$

где $t_{в.н}$ – вспомогательное неперекрываемое время, затрачиваемое на одновременную загрузку одного или нескольких приспособлений в ванну и выгрузку из ванны, мин.

4. Время занятости рабочего – время, которое затрачивает рабочий на выполнение ручных приемов данной операции, а также на активное наблюдение за ходом технологического процесса

$$T_з = t_{в.п} + T_{в.н} + T_{оп.п} + T_{оп.н}\ , \qquad (5)$$

где $t_{в.п}$ – вспомогательное перекрываемое время, затрачиваемое на монтаж и демонтаж деталей на полную загрузку основной ванны, мин. (Это время может не включаться в формулу, если монтаж и демонтаж деталей выполняются специальными рабочими, не принимающими участия в выполнении других операций);

$T_{в.н.}$ – вспомогательное неперекрываемое время, затрачиваемое на полную загрузку деталей и выгрузку их из ванны, мин;

$T_{оп.п.}$ – оперативное перекрываемое время, затрачиваемое на выполнение операций, выполняемых во время работы основной ванны, мин;

$T_{оп.н}$ – оперативное неперекрываемое время, затрачиваемое на выполнение всех операций, следующих после нанесения покрытия, кроме операции сушки в сушильном шкафу, мин.

5. Свободное основное время – часть основного времени, на протяжении которого рабочий не выполняет никаких ручных приемов

$$T_{о.с} = T_о - T_{з.п}\ . \qquad (6)$$

6. Время занятости рабочего, перекрываемое основным временем, в минутах

$$T_{з.п} = T_{в.п} + T_{оп.п}\ . \qquad (7)$$

7. Вспомогательное перекрываемое время, затрачиваемое на монтаж и демонтаж, протирку ветошью и т.п. при полной загрузке основной ванны, в минутах рассчитывать по формуле

$$T_{в.п} = t_{в.п_1}\ n + t_{в.п_2}\ n + t_{в.п_3}\ n + t_{в.п_4}\ n + t_{в.п_5}\ n\ , \qquad (8)$$

где $t_{в.п_1}$ – вспомогательное время, затрачиваемое на монтаж и демонтаж одной детали, мин;

$t_{в.п_2}$ – вспомогательное время, затрачиваемое на операцию обезжиривания одной детали;

$t_{в.п_3}$ – вспомогательное время, затрачиваемое на операцию протирки одной детали;

$t_{в.п_4}$ – вспомогательное время, затрачиваемое на операцию обдувки одной детали;

$t_{в.п_5}$ – вспомогательное время, затрачиваемое на операцию изолирования одной детали изоляционной лентой, лаком или воском.

8. Отношение времени занятости рабочего к оперативному времени называется коэффициентом занятости, который определяется по формуле

$$K_з = \frac{T_з}{T_{оп}}\ , \qquad (9)$$

9. Число ванн-дублеров определять по формуле

$$m' = \frac{T_{о.с} \quad K_д}{T_в} + 1 \qquad (10)$$

или

$$m = \frac{(T_о - T_{в.п} - T_{оп.п})\, K_д}{t_{в.п} + T_{в.н} + T_{оп.н} + T_{оп.п}} + 1, \qquad (11)$$

где $K_д$ – коэффициент, учитывающий микропаузы в работе рабочего и возможные отклонения фактических затрат вспомогательного времени от значений, принятых в нормативах (для ванн-дублеров $K_д$ равен 0,9).

10. Расчет нормы времени на одну деталь можно осуществить двумя способами.

10.1. Если время выдержки деталей в основной ванне больше суммы перекрываемого времени операций, предшествующих операции покрытия, то норму времени рассчитывать по формуле

$$H_в = \frac{(T_о + T_{оп.н} + T_{в.н}) \cdot 1{,}12 \cdot K_с}{n\, K_и \quad m}, \qquad (12)$$

где 1,12 – коэффициент, учитывающий затраты времени на подготовительно-заключительные работы, на техническое и организационное обслуживания рабочего места, на производственную гимнастику, отдых и личные надобности;

$K_с$ – коэффициент, учитывающий совпадение окончания работы одной из ванн-дублеров с ручной работой по обслуживанию другой ванны-дублера (определяется по табл. 1);

n – число деталей, одновременно загружаемых в основную ванну, шт;

$K_и$ – коэффициент использования оборудования (определяется по табл. 2);

m – число ванн-дублеров, одновременно обслуживаемых рабочим или бригадой рабочих (при отсутствии ванн-дублеров $m = 1$),

Таблица 1

Значение коэффициента $K_с$ в зависимости от числа обслуживаемых ванн

Коэффициент $K_с$	1	1,1; 1,15; 1,25	1,1; 1,2; 1,3	1,15; 1,25; 1,4
Коэффициент занятости $K_з$	–	0,3; 0,4; 0,5	0,2; 0,3; св.0,3	0,15; 0,25; св.0,25
Расчетное число обслуживаемых ванн	1	2	3	4 и больше

Примечание. Коэффициент $K_с$ будет равен единице в трех случаях: при обслуживании ванн бригадой рабочих; если расчетное число ванн уменьшено в результате округления; когда число ванн принято исходя из фактического наличия, которое меньше расчетного.

Таблица 2

Значение коэффициента использования оборудования в зависимости от вида покрытия и оборудования

Вид покрытия	Оборудование	Коэффициент использования $K_и$
Цинковое, кадмиевое, медное	Ванна	0,85
	Барабан	0,93
	Колокол	0,90
Никелевое, серебряное	Ванна	0,85
	Колокол	0,90
Оловянное, из сплава олово-висмут и олово-свинец	Ванна	0,85
Хромовое	Ванна	0,80
Золотое, родиевое, палладиевое	Ванна	0,90
Из сплава медь-цинк	Ванна	0,85
Анодно-окисные на деталях из алюминиевых сплавов	Ванна	0,85
Химическое окисное на деталях из магниевых сплавов	Ванна	0,90
Окисные на деталях из черных и цветных металлов	Ванна	0,90
Фосфатное	Ванна	0,85

Примечание. При передаче оборудования в рабочем состоянии следующей смене коэффициент его использования будет равен: для ванн 0,93, для барабанов и колоколов 0,95.

10.2. Если время выдержки деталей в основной ванне меньше суммы перекрываемого времени операций, предшествующих операции нанесения покрытия, то норму времени в минутах рассчитывать по формуле

$$H_в = \frac{(T_{в.п} + T_{в.н} + T_{оп}) \cdot 1,12}{n\ K_и}, \qquad (13)$$

где $T_{в.п}$ – вспомогательное перекрываемое время на монтаж и демонтаж деталей, протирку ветошью, изолирования и т.п. при полной загрузке основной ванны, мин;

$T_{оп}$ – оперативное время, затрачиваемое на операции, предшествующие и последующие процессу нанесения покрытия деталей.

Численность рабочих $N_р$ (для стационарных ванн) рассчитывать по формуле

$$N_р = \frac{T_{в.п} + T_{в.н} + T_{оп}}{T_о + T_{в.н} + T_{оп.н}} \qquad (14)$$

10.3. Норму времени на деталь в минутах при обслуживании автоматических и полуавтоматических установок рассчитывать по формуле

$$H_в = \frac{T_{оп}\ 1,12}{n}. \qquad (15)$$

10.4. Численность рабочих для обеспечения ритмической работы автоматических и полуавтоматических установок рассчитывать по формуле

$$N_{ау} = \frac{T_{оп} \cdot n_п}{t_р}, \qquad (16)$$

где $n_п$ – число подвесок (приспособлений) на штанге;

$t_р$ – ритм выхода штанг с подвесками (приспособлениями), мин.

Контрольные операции качества составляют 5 % от оперативного времени.

При определении нормы времени на нанесение покрытия в колоколах и барабанах основное время умножать на коэффициент 1,25.

11. Пример расчета нормы времени на хромирование деталей из стали в стационарной ванне

Исходные данные.

Деталь:
- поверхность, дм^2 0,4
- масса, кг 0,1
- толщина слоя покрытия, мкм 5

Приспособление:
- вид контакта ..... два крючка
- число монтируемых деталей 30

Масса, кг:
- без монтируемых деталей 5,0
- с монтируемыми деталями 8,0

Плотность тока 10

Выход по току, % 13

Способ загрузки деталей в ванну ..... электротельфер

Число одновременно загружаемых в ванну:
- приспособлений 4
- деталей 120

Расстояние, м:
- между ваннами 1
- между монтажным столом и ванной 2
- между ванной и сушильным шкафом 5

Тип производства ..... мелкосерийный

Основное время осаждения 1 мкм хрома при плотности тока 10 А/дм^2 составляет 9,8 мин

При толщине покрытия 5 мкм основное время хромирования составит

$$T_о = 9{,}8 \cdot 5 = 49{,}0.$$

Вспомогательное перекрываемое время, затрачиваемое на монтаж и демонтаж одной детали массой 0,1 кг при креплении на 2 крючка и числе деталей на одном приспособлении до 40, равно 0,16 мин (карты 21 и 22**), $t_{в.п}$ на полную загрузку равно:

$$0{,}16 \cdot 120 = 19{,}2 \text{ мин.}$$

Оперативное перекрываемое время, затрачиваемое на весь комплекс операций загрузки и выгрузки электротельфером, равно (карта 44**) 10,4 мин (без учета времени, затрачиваемого на загрузку деталей в сушильный шкаф и выгрузку их).

Время, затрачиваемое на загрузку приспособления с деталями массой до 9,0 кг на первое приспособление, равно 0,23 мин (карта 35**), на каждое последующее приспособление 0,19. Следовательно, время, затрачиваемое на загрузку в сушильный шкаф четырех приспособлений с деталями, будет равно:

$$0{,}23 + (0{,}19 \cdot 3) = 0{,}8 \text{ мин.}$$

Аналогично определяется время выгрузки приспособлений с деталями из сушильного шкафа

$$0{,}17 + (0{,}14 \cdot 3) = 0{,}59 \text{ мин.}$$

Время, затрачиваемое на загрузку приспособлений в сушильный шкаф и выгрузку их, будет равно

$$0{,}8 + 0{,}59 = 1{,}39 \text{ мин} \approx 1{,}4.$$

Сумма оперативного перекрываемого времени составит

$$10{,}4 + 1{,}4 = 11{,}8 \text{ мин.}$$

Перекрываемое время (вспомогательное и оперативное) будет равно

$$19{,}2 + 11{,}8 = 31 \text{ мин.}$$

Так как основное время больше перекрываемого (49,0 > 31,0 мин), то норма времени рассчитывается по формуле

$$Н_в = \frac{(T_о + T_{оп.н} + T_{в.н}) \cdot 1{,}12 \cdot K_с}{n\, K_и\, m}$$

Вспомогательное неперекрываемое время $T_{в.н}$ (карта 38**) составит 0,7 мин (0,4 + 0,3 на стропальные работы).

Оперативное неперекрываемое время $T_{оп.н}$, затрачиваемое на выполнение операций технологического процесса после нанесения покрытия в основной ванне, равно 4,4 мин (карта 44**).

Коэффициент использования оборудования $K_и = 0{,}8$ (табл. 2).

Коэффициент, учитывающий микропаузы в работе рабочего, равен 0,9.

Далее определяется число одновременно обслуживаемых ванн-дублеров, при этом должно быть соблюдено условие $T_{о.с} \geqslant T_з$.

В рассматриваемом примере $T_{о.с} = T_о - T_з = 49{,}0 - 37{,}1 = 11{,}9$ мин

$T_з = T_{в.н} + T_{оп.н} + T_{оп.п} + t_{в.п} = 0{,}7+4{,}4+11{,}8+10{,}2 = 37{,}1$, т.е. $T_{о.с} < T_з$.

Если операции монтажа и демонтажа деталей на приспособлении на полную загрузку ванны будут выполняться рабочим, то

$$T_з = 0{,}7 + 4{,}4 + 11{,}8 = 16{,}9 \text{ мин, а}$$

$$T_{о.с} = 49 - 16{,}9 = 32{,}1 \text{ мин, т.е. } T_{о.с} > T_з.$$

Подстанляя полученные числовые значения в формулу (10), получим

$$m = \frac{32{,}1 \cdot 0{,}9}{16{,}9} + 1 = 2{,}7 \approx 3 \quad \text{ванны-дублера.}$$

Коэффициент занятости

$$K_з = \frac{T_з}{T_{оп}} = \frac{T_з}{T_о + T_{оп.н} + T_{в.н}} = \frac{16{,}9}{49 + 4{,}4 + 0{,}7} = \frac{16{,}9}{54{,}1} = 0{,}31.$$

Коэффициент $K_с$, учитывающий совпадение окончания работы одной из ванн-дублеров с ручной работой по обслуживанию другой ванны-дублера, равен 1,2 (для коэффициента занятости $K_з$ равном 0,3, при расчетном числе обслуживаемых ванн, равном 3, табл. 1).

Норма времени на выполнение операции без монтажа и демонтажа деталей составит

$$Н_в = \frac{(T_о + T_{в.н} + T_{оп.п}) \cdot 1{,}12 \cdot K_с}{n\, K_и\, m} = \frac{(49 + 0{,}7 + 4{,}4) \cdot 1{,}12 \cdot 1{,}2}{120 \cdot 0{,}8 \cdot 3} = 0{,}26.$$

Норма времени на монтаж и демонтаж

$$Н_в = 0{,}16 \cdot 1{,}12 = 0{,}18 \text{ мин}$$

Таким образом, время на одну деталь, затрачиваемое на выполнение всех операций технологического процесса, составит

$$H_в = 0{,}26 + 0{,}18 = 0{,}44 \text{ мин.}$$

12. Пример расчета нормы времени на никелирование деталей на автоматической установке.

Исходные данные,

Деталь:
- поверхность, $дм^2$ 0,5
- масса, кг 0,15

Приспособление:
- вид контакта ..... 1 пружинный
- число монтируемых деталей 30

Масса, кг:
- без монтируемых деталей 1,0
- с монтируемыми деталями 5,5

Число подвесок (приспособлений на штенге) 1

Ритм выхода штанги с подвесками (приспособлениями), мин 1,20

Тип производства ..... крупносерийный

Оперативное время, затрачиваемое на монтаж одной детали массой до 0,2 кг при числе деталей на приспособлении до 40 (карта 120[жж]), составит

$$0{,}064 \cdot 30 = 1{,}92 \text{ мин.}$$

Оперативное время, затрачиваемое на демонтаж деталей с приспособления (карта 121[жж]), будет равно.

$$0{,}044 \cdot 30 = 1{,}32 \text{ мин.}$$

Оперативное время, затрачиваемое на завешивание приспособлений с деталями на штангу автомата и их снятие при массе подвески с деталями до 6,2 кг (карта 130[жж]), составит.

$$0{,}09 + 0{,}07 = 0{,}16 \text{ мин.}$$

Таким образом, сумма оперативного времени составит.

$$T_{оп} = 1{,}92 + 1{,}32 + 0{,}16 = 3{,}4 \text{ мин.}$$

Представляя полученные числовые значения в формулу (15), получим норму времени

$$H_в = \frac{3{,}4 \cdot 1{,}12}{30} = 0{,}128 \text{ мин.}$$

Численность рабочих, необходимая для работы автомата (ритм работы $t_р = 1{,}2$ мин) и определенная по формуле (16), составит

$$N_{а.у} = \frac{3{,}4}{1{,}2} \approx 3 \text{ человека.}$$

Примечания:

1. ж – При расчете нормы времени использован сборник "Общемашиностроительные нормативы времени на гальванические покрытия и подготовку поверхностей до и после покрытия", М., "Машиностроение", 1975.

2. жж – Цифровые данные взяты из карт указанного в примечании 1 сборника.

ПРИЛОЖЕНИЕ 74
Справочное

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРАВНИТЕЛЬНОЙ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Настоящая методика предназначается для определения сравнительной экономической эффективности различных технологических процессов нанесения электрохимических покрытий и рекомендована для выявления экономического потенциала внедрения новых процессов нанесения покрытий на промышленных предприятиях отрасли при разработке проектно-конструкторских и организационно-технических мероприятий, направленных на повышение эффективности производства.

1.2. Определение экономической эффективности внедрения новых технологических процессов нанесения электрохимических покрытий следует производить на основе сравнения показателей внедряемого варианта с показателями исходного (базового) варианта. За базу для сравнения принимают действующие и наиболее распространенные в отрасли или на предприятии технологические процессы нанесения электрохимических покрытий.

Необходимым условием определения сравнительной экономической эффективности является сопоставимость вариантов:

по объему производства (квадратные метры поверхности покрытия);

по действующим на расчетный период ценам, тарифам и ставкам.

Если разработка, внедрение и освоение новой техники предусматриваются на несколько лет, необходимо корректировать основные экономические показатели по базовому варианту с учетом их изменений к моменту внедрения новой техники за счет дальнейшего освоения и лучшего использования применяемой техники.

В методике рассматриваются основные направления применения электрохимических процессов нанесения покрытий на детали.

2. ОСНОВНЫЕ И ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ

2.1. Основными показателями экономической эффективности внедрения технологических процессов нанесения электрохимических покрытий являются:

капитальные вложения, необходимые для осуществления мероприятия;

себестоимость продукции по изменяющимся элементам затрат;

сроки окупаемости капитальных вложений на осуществление мероприятий и соответствующие коэффициенты эффективности;

производительность труда (выработка продукции на одного рабочего).

К дополнительным показателям экономической эффективности относятся:

снижение трудоемкости процесса нанесения покрытий на детали;

экономия материалов;

количество продукции, снимаемой с 1 $м^2$ производственной площади;

уменьшение потерь времени на временную нетрудоспособность при профессиональных заболеваниях.

Величину капитальных вложений следует рассчитывать отдельно по базовому и внедряемому вариантам.

2.2. Общие капитальные вложения в рублях рассчитывать по сумме всех единовременных затрат на осуществление данного технического варианта по формуле

$$K = K_{пл} + K_{о} + K_{кт} + K_{п} , \qquad (1)$$

где $K_{пл}$ – стоимость производственной площади, руб;
$K_о$ – стоимость оборудования, руб ;
$K_{кт}$ – стоимость коммуникаций и средств для обеспечения техники безопасности, руб;
$K_п$ – затраты на разработку нового технологического процесса, руб.

Дополнительные капитальные вложения в рублях определять как разность общих капиталовложений по сравниваемым вариантам по формуле

$$K_д = K_2 - K_1, \qquad (2)$$

где K_1 – общие капитальные вложения в базовый вариант, руб;
K_2 – общие капитальные вложения во внедряемый вариант, руб.

В процессе расчета экономической эффективности учитывается количество ванн, необходимых для нанесения данного электрохимического покрытия. Потребное количество ванн в штуках определять по формуле

$$n = \frac{BT}{Ф_в SK}, \qquad (3)$$

где B – годовая программа нанесения покрытий на детали, $м^2$;
T – время выдержки деталей в ванне нанесения покрытия, ч;
$Ф_в$ – годовой фонд времени работы оборудования с учетом коэффициента использования оборудования по времени, ч;
S – единовременная загрузка одиночной ванны, м;
K – коэффициент загрузки (обычно принимается равным 0,8).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГОДОВОЙ ЭКОНОМИИ ОТ ИЗМЕНЕНИЯ СЕБЕСТОИМОСТИ ПРОДУКЦИИ (ТЕКУЩИЕ ЗАТРАТЫ)

3.1. Себестоимость процесса нанесения покрытий на детали следует определять отдельно по сравниваемым вариантам. Изменение себестоимости или годовую экономию в рублях определять путем сравнения себестоимости годовой программы нанесения покрытий на детали в базовом и внедряемом вариантах по формуле

$$Э = C_1 - C_2, \qquad (4)$$

где C_1 – себестоимость годовой программы нанесения покрытий на детали в базовом варианте, руб;
C_2 – себестоимость годовой программы нанесения покрытий на детали во внедряемом варианте, руб;

3.2. В состав себестоимости входят следующие обязательные элементы затрат: заработная плата с начислениями, стоимость химикатов, стоимость тепло- и электроэнергии, амортизационные отчисления и затраты на текущий ремонт оборудования.

3.3 Расчет фонда заработной платы в рублях при работе на стационарных ваннах произвести по формуле

$$Д = t\,BZp\,Д_з Д_о, \qquad 5)$$

где t – трудоемкость нанесения 1 $м^2$ покрытия, чел.-ч;
B – годовая программа нанесения покрытий на детали, $м^2$;
Z – тарифная ставка сдельщика, руб/ч;
P – коэффициент переработки норм;
$Д_з$ – коэффициент, учитывающий дополнительную заработную плату (средний по отрасли – 1,08);
$Д_о$ – коэффициент, учитывающий отчисления на социальное страхование (средний по отрасли – 1,066).

3.4. Расчет фонда заработной платы в рублях при наличии норм обслуживания оборудования (автоматических линий) произвести по формуле

$$Ф = RCФ_{о}Д_{о}12, \qquad (6)$$

где R – норма обслуживания оборудования в одну смену, чел;
C – количество смен работы линии;
$Ф_{о}$ – среднемесячная заработная плата одного рабочего, руб;
$Д_{о}$ – коэффициент, учитывающий отчисления на специальное страхование;
12 – количество месяцев в условном году.

3.5. Затраты на химикаты в рублях рассчитывать по формуле

$$\sum_{1}^{i} C_{x} = \sum_{1}^{i} x_{уд} BH, \qquad (7)$$

где C_{x} – сумма затрат на различные химикаты, потребные для выполнения годовой программы нанесения покрытий на детали, руб;
$x_{уд}$ – удельная норма расхода одного вида химикатов на нанесение 1 $м^2$ покрытия с учетом заданной толщины покрытия, г;
B – годовая программа нанесения покрытий на детали, $м^2$;
H – стоимость 1 кг химикатов, руб.

3.6. Энергетические затраты складываются из стоимостей электроэнергии, потребляемой на технологические цели, и вспомогательного оборудования, стоимости пара, сжатого воздуха и воды.

Стоимость электроэнергии, потребляемой для технологических целей, рассчитывать по формуле

$$C_{т.э} = \frac{VПBЦ}{0,7 \cdot 1000} \cdot Ц_{э}, \qquad (8)$$

где V – напряжение на ванне, В;
П – плотность тока на 1 $дм^2$ поверхности, $А/дм^2$;
B – годовая программа нанесения покрытий на детали, $м^2$;
Ц – время выдержки деталей в электролите, ч;
0,7 – коэффициент полезного действия;
1000 – коэффициент перевода в киловатт-часы;
$Ц_{э}$ – стоимость 1 кВт-ч технологической электроэнергии, коп.

Стоимость электроэнергии, потребляемой вспомогательным оборудованием, в рублях рассчитывать по формуле

$$C_{с.э} = M_{э}K_{з}K_{н}TCЦ_{э}, \qquad (9)$$

где $M_{э}$ – установленная мощность электропотребителей, кВт;
$K_{з}$ – коэффициент загрузки электропотребителей, учитывающий недогрузку потребителей по мощности и времени работы;
$K_{н}$ – коэффициент, учитывающий потери силы тока в сети;
T – годовой фонд времени работы электродвигателей при работе в одну смену, ч;
C – количество смен работы потребителей;
$Ц_{э}$ – стоимость 1 кВт-ч электроэнергии, руб.

Для укрупненных расчетов произведение $K_{з}K_{н}$ принимается равным 0,7.

Стоимость пара, сжатого воздуха и воды, расходуемых на технологические цели за год, рассчитывать по формуле

$$C_{э} = вBЦ, \qquad (10)$$

где в – норма расхода данного вида энергии для нанесения 1 $м^2$ покрытия;
B – годовая программа нанесения покрытий на детали, $м^2$;
Ц – стоимость единицы данного вида энергии (или технологической воды).

Затраты на текущий ремонт и содержание гальванического оборудования определять укрупненно, в размере трех-пяти процентов от стоимости оборудования.

4. ПРОЧИЕ ЗАТРАТЫ, ВХОДЯЩИЕ В СЕБЕСТОИМОСТЬ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ

4.1. Затраты на переделку покрытия следует определять процентом забракованных деталей от суммы всех элементов текущих годовых затрат на покрытие по каждому из сравниваемых вариантов отдельно.

Допустимый процент деталей, подвергающихся повторному нанесению покрытия, определяется нормативами предприятия.

4.2. Стоимость неисправимого брака определяется суммой полной цеховой себестоимости забракованных деталей (по себестоимости заготовительного цеха) и полной деховой себестоимости операции нанесения покрытия (за вычетом стоимости лома или отходов и суммы, удержанной с виновных).

Если в сравниваемых вариантах изменяется численность рабочих, то при определении затрат на годовую программу нанесения покрытий на детали учитывается размер накладных расходов по охране труда (спецодежда, молоко, вытяжная вентиляция).

Накладные расходы по охране труда в гальванических цехах составляют шесть-восемь процентов от заработной платы.

4.3. Внедрение мероприятий, в результате которых обеспечивается рост объема производства продукции, приводит к относительной экономии условно-постоянной части накладных расходов, т.е. расходов, не связанных с изменением выпуска продукции (заработная плата цехового и управленческого персонала, затраты на освещение и отопление помещения цеха, затраты на исследования, разработки и т.д.).

4.4. Экономию постоянной части накладных расходов в рублях рассчитывать по формуле

$$Э_{у\,п} = Н_{п\,д} \cdot \left(\frac{В_н}{В_с} - 1 \right), \qquad (11)$$

где $Н_{п\,д}$ – годовая сумма условно-постоянной части накладных расходов по базовому варианту, руб;

$В_н$ – выпуск продукции в натуральном выражении по внедряемому варианту, $м^2$;

$В_с$ – выпуск продукции в натуральном выражении по базовому варианту, $м^2$.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРОКА ОКУПАЕМОСТИ И КОЭФФИЦИЕНТА ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ

5.1. Срок окупаемости дополнительных капитальных вложений определять по формуле

$$Т_{о\,к} = \frac{К_2 - К_1}{С_1 - С_2} = \frac{К_{доп}}{Э}, \qquad (12)$$

где $К_{доп}$ – дополнительные капитальные вложения, руб;

Э – годовая экономия, руб.

5.2. Коэффициент сравнительной экономической эффективности дополнительных капитальных вложений является величиной, обратной сроку окупаемости, и характеризует величину экономии, приходящуюся на 1 руб единовременных капитальных вложений

$$Е = \frac{С_1 - С_2}{К_2 - К_1} = \frac{Э}{К_{доп}} = \frac{1}{Т_{о\,к}}. \qquad (13)$$

Нормативный коэффициент экономической эффективности Е является единым по народному хозяйству и равен 0,12.

6. ФАКТОР ВРЕМЕНИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ

6.1. При длительных сроках разработки технологических процессов нанесения электрохимических покрытий (более двух лет) и различном распределении капиталовложений по периодам в расчете экономической эффективности следует учитывать фактор времени.

Затраты в рублях, производимые в различное время, приводятся к сопоставимому виду по формуле

$$K_T = K_o (1 + E)^T, \qquad (14)$$

где K_T – эквивалентные капиталовложения через Т лет, руб;

K_o – вложения текущего периода, руб;

Е – нормативный коэффициент эффективности для приведения разновременных затрат (принимается равным 0,08);

т – период времени, год.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ РОСТА ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ ТРУДА

7.1. В качестве единого для всех видов работ показателя, отражающего рост производительности труда, следует принимать экономию рабочей силы в процентах, определяемую по формуле

$$\Delta W = \frac{\Delta R}{R - \Delta R} \cdot 100, \qquad (15)$$

где ΔR – численность относительно высвобожденных рабочих. чел;

R – общая численность рабочих, чел.

7.2. Снижение трудоемкости в процентах определять по формуле

$$\Delta N_t = \frac{t_1 - t_2}{t_1} \cdot 100, \qquad (16)$$

где t_1 и t_2 – трудоемкости нанесения 1 $м^2$ покрытия в сравниваемых вариантах, чел.-ч.

7.3. Численность относительно высвобождаемых рабочих рассчитывать по формуле

$$\Delta R = \frac{\Delta t \cdot B}{T_p}, \qquad (17)$$

где Δt – изменение трудоемкости нанесения 1 $м^2$ покрытия ($\Delta t = t_1 - t_2$), чел.-ч;

В – годовая программа нанесения покрытий на детали в сравниваемых вариантах, $м^2$;

T_p – годовой фонд времени одного рабочего (принимается в среднем равным 1835 чел.-ч).

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГОДОВОГО ЭКОНОМИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА ВНЕДРЕНИЯ НОВОЙ ТЕХНИКИ

8.1. При сравнении нескольких вариантов внедрения новой техники основным показателем экономической эффективности является минимум приведенных затрат.

Выбор наиболее эффективного варианта определяется минимумом приведенных затрат, которые следует рассчитывать по формуле

$$min = C + E_н K$$

или (18)

$$min = K + T_н C,$$

где C – себестоимость годовой программы нанесения покрытий на детали по тем же вариантам, руб;

$E_н$ – нормативный коэффициент сравнительной экономической эффективности;

K – капитальные затраты по каждому варианту, руб;

$T_н$ – срок окупаемости.

8.2. Годовой экономический эффект внедрения новой техники в рублях определять из разности приведенных затрат базового и внедряемого вариантов по формуле

$$Э_{э.в} = (C_1 + E_н K_1) - (C_2 + E_н K_2), \quad (19)$$

где C_1 – себестоимость годовой программы нанесения покрытий на детали в базовом варианте, руб;

C_2 – себестоимость годовой программы нанесения покрытий на детали во внедряемом варианте, руб;

K_1 – общие капиталовложения в базовый вариант, руб;

K_2 – общие капиталовложения во внедряемый вариант, руб;

$E_н$ – нормативный коэффициент сравнительной экономической эффективности.

9. НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕНЯЮЩИХСЯ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕКУЩИХ ЗАТРАТ И ЭКОНОМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ПРИ ВНЕДРЕНИИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

9.1. Затраты на доставку горючих и взрывоопасных химических материалов в гальванический цех со склада в рублях определять по формуле

$$Ф_т = t \cdot 262 \cdot Z, \quad (20)$$

где t – время, затрачиваемое в сутки на транспортирование взрывоопасных и горючих химических материалов, ч;

262 – количество рабочих дней в году;

Z – среднечасовая заработная плата такелажника, руб.

9.2. Коэффициент увеличения съема продукции с 1 $м^2$ производственной площади при интенсификации процессов нанесения покрытий определять по формуле

$$K_c = \frac{S_и}{S_о}, \quad (21)$$

где $S_и$ – съем продукции с 1 $м^2$ производственной площади при интенсифицированном процессе нанесения покрытия, $м^2$;

$S_о$ – съем продукции с 1 $м^2$ производственной площади при обычном процессе нанесения покрытия, $м^2$.

9.3. Возможную годовую программу нанесения покрытий при интенсифицированном процессе определять по формуле

$$B_и = B_о K_c, \quad (22)$$

где $B_о$ – годовая программа нанесения покрытий на детали при обычном процессе нанесения покрытий, $м^2$;

K_c – коэффициент увеличения съема продукции с 1 $м^2$ производственной площади при интенсификации процессов нанесения покрытий.

9.4. Применение нетоксичных электролитов способствует уменьшению потерь времени на временную нетрудоспособность при профессиональных заболеваниях, что увеличивает количество отработанных человеко-часов гальваниками и увеличивает объем выпущенной продукции в квадратных метрах, который следует рассчитать по формуле

$$B = B_1 + B_д, \tag{23}$$

где B_1 – плановая годовая программа нанесения покрытий на детали, $м^2$;
$B_д$ – объем дополнительно покрываемой поверхности, $м^2$.

Объем дополнительно покрываемой поверхности в квадратных метрах определять по формуле

$$B_д = W \cdot t \tag{24}$$

где W – выработка продукции на одного человека, $м^2$;
t – потери времени на временную нетрудоспособность при профессиональных заболеваниях, ч.

10 ЭКОНОМИЯ ФОНДОВ СОЦИАЛЬНОГО СТРАХОВАНИЯ

10.1. Экономия фондов социального страхования в рублях достигается за счет сокращения временной нетрудоспособности при профессиональных заболеваниях гальваников, достигаемого в результате применения нетоксичных электролитов вместо цианистых, по формуле

$$Э_{с.с} = R\,Ф_о \cdot 12, \tag{25}$$

где R – среднегодовое количество больных рабочих с временной нетрудоспособностью (определяется по статистическим данным предприятия), чел;
$Ф_о$ – среднемесячная заработная плата одного рабочего, руб.
12 – количество месяцев в условном году.

11. ЭКОНОМИЯ ОТ ВНЕДРЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ

11.1. Экономию в сфере производства в рублях от увеличения долговечности деталей за счет меньшей потребности в эксплуатации более долговечных деталей определять по формуле

$$Э_{изн.} = C_1 - \frac{C_2}{K_д}, \tag{26}$$

где C_1 – сумма текущих затрат на производство годовой программы деталей с первоначальной долговечностью, руб;
C_2 – сумма текущих затрат на производство годовой программы деталей с повышенной долговечностью, руб;
$K_д$ – коэффициент повышения долговечности, который следует определять по формуле

$$K_д = \frac{T_2}{T_1}, \tag{27}$$

где T_2 – срок службы деталей с первоначальной долговечностью;
T_1 – срок службы деталей с повышенной долговечностью.

12. ЭКОНОМИЯ ОТ ВНЕДРЕНИЯ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ

12.1. Экономия от внедрения нормативно-технической документации на электрохимические покрытия определяется по двум направлениям:

внедрение типовых технологических процессов нанесения электрохимических покрытий, приведенных в документации;

сокращение длительности цикла подготовки производства электрохимических покрытий.

Экономию от сокращения цикла подготовки производства в результате внедрения нормативно-технической документации следует определить, исходя из следующих факторов:

снижение трудоемкости работы технологов за счет сокращения исследовательских работ и экспериментальных работ в результате наличия типовых решений;

привлечение инженерно-технических работников более низкой квалификации для подготовки производства;

сокращение расхода материалов на исследовательские и экспериментальные работы.

12.2. Экономия от сокращения длительности цикла подготовки производства является единовременной на полный период производства новых изделий и трабует соизмерения с годовыми показателями.

Длительность производства новых изделий (срок обновления новой техники в отрасли) принята равной 0,2.

12.3. Годовую экономию от сокращения цикла подготовки производства в рублях при внедрении нормативно-технической документации рассчитывать по формуле

$$Э_{п.год} = Э_{и} K , \qquad (28)$$

где $Э_{и}$ – сокращение стоимости расходуемых материалов, руб;

K – коэффициент приведения.

12.4 Суммарную годовую экономию от внедрения нормативно-технической документации на данном предприятии в рублях определять по формуле

$$Э_{нтд} = \sum Э_{ттп} + Э_{п.год} , \qquad (29)$$

где $\sum Э_{ттп}$ – годовая экономия от внедрения типовых технологических процессов, приведенных в нормативно-технической документации, руб;

$Э_{п.год}$ – годовая экономия от сокращения цикла подготовки производства в результате внедрения документации, руб.

СОДЕРЖАНИЕ

5. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ 2
6. МАТЕРИАЛЫ 2
7. МЕТОДИКА РАСЧЕТА УДЕЛЬНЫХ НОРМ РАСХОДА МАТЕРИАЛОВ 10
Справочное приложение 1. ПЕРЕЧЕНЬ СРЕДСТВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОСНАЩЕНИЯ, СРЕДСТВ КОНТРОЛЯ И ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СРЕДСТВ ЗАЩИТЫ 14
Обязательное приложение 2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫХ ОПЕРАЦИЙ 17
Обязательное приложение 3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИНКОВАНИЯ 19
Обязательное приложение 4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ КАДМИРОВАНИЯ 21
Обязательное приложение 5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ МЕДНЕНИЯ 22
Обязательное приложение 6. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ НИКЕЛИРОВАНИЯ И НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ ИЗ СПЛАВА ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЬ 24
Обязательное приложение 7. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ХРОМИРОВАНИЯ 25
Обязательное приложение 8. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ОЛОВЯНИРОВАНИЯ 26
Обязательное приложение 9. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-ВИСМУТ 29
Обязательное приложение 10. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-СВИНЕЦ 30
Обязательное приложение 11. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЛАТУНИРОВАНИЯ 32
Обязательное приложение 12. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ СЕРЕБРЕНИЯ, РАСТВОРОВ ХРОМАТИРОВАНИЯ, ИНГИБИРОВАНИЯ, ОКСИДИРОВАНИЯ, ПАССИВИРОВАНИЯ. ПРЕПАРАТА ТМФ 33
Обязательное приложение 13. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ СПЛАВОВ СЕРЕБРО-СУРЬМА 36
Обязательное приложение 14. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЗОЛОЧЕНИЯ. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЗОЛОТА 36
Обязательное приложение 15. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ПАЛЛАДИРОВАНИЯ. РЕГЕНЕРАЦИЯ ЭЛЕКТРОЛИТОВ 37
Обязательное приложение 16. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ СПЛАВА ПАЛЛАДИЙ-НИКЕЛЬ. РЕГЕНЕРАЦИЯ ПАЛЛАДИЯ ИЗ ОТРАБОТАННЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ И ПРОМЫВНЫХ ВОД 39
Обязательное приложение 17. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ РОДИРОВАНИЯ. ИЗВЛЕЧЕНИЕ РОДИЯ 41
Обязательное приложение 18. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ХИМИЧЕСКОГО НИКЕЛИРОВАНИЯ 43
Обязательное приложение 19. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ СЕРЕБРЯНОГО, ЗОЛОТОГО И ПАЛЛАДИЕВОГО ПОКРЫТИЙ ХИМИЧЕСКИМ СПОСОБОМ 44
Обязательное приложение 20. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 44
Обязательное приложение 21. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОКРАШИВАНИЯ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 45

Обязательное приложение 22. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ЭМАТАЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 45
Обязательное приложение 23. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ И ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ ХИМИЧЕСКИХ И АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ 46
Обязательное приложение 24. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ И ОКИСНО-ФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА СТАЛЬНЫЕ ДЕТАЛИ 46
Обязательное приложение 25. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ МЕДИ И ЕЕ СПЛАВОВ 47
Обязательное приложение 26. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОКИСНЫХ ФОСФАТНЫХ И ОКИСНЫХ ФТОРИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 47
Обязательное приложение 27. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ФОСФАТИРОВАНИЯ СТАЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ И ДЕТАЛЕЙ С НАНЕСЕННЫМИ ЦИНКОВЫМИ И КАДМИЕВЫМИ ПОКРЫТИЯМИ 47
Обязательное приложение 28. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПАССИВИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ, МЕДИ И ЕЕ СПЛАВОВ, АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 48
Обязательное приложение 29. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ПОЛИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СТАЛЕЙ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ 48
Обязательное приложение 30. ПРИГОТОВЛЕНИЕ И КОРРЕКТИРОВАНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО ПОЛИРОВАНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩИХ СТАЛЕЙ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ 49
Обязательное приложение 31. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПАСТ ДЛЯ ПОЛИРОВАНИЯ ЧЕРНЫХ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ 49
Справочное приложение 32. ОСНОВНЫЕ НЕПОЛАДКИ В РАБОТЕ ЭЛЕКТРОЛИТОВ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ 50
Справочное приложение 33. ХИМИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СПОСОБЫ УДАЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ 85
Справочное приложение 34. МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЭЛЕКТРОЛИТОВ, РАСТВОРОВ И СПЛАВОВ 92
Справочное приложение 35. АНАЛИЗ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОБЕЗЖИРИВАНИЯ И ТРАВЛЕНИЯ 92
Справочное приложение 36. АНАЛИЗ ЦИАНИСТЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИНКОВАНИЯ 95
Справочное приложение 37. АНАЛИЗ АММИАКАТНО-УРОТРОПИНОВОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИНКОВАНИЯ 100
Справочное приложение 38. АНАЛИЗ ЦИНКАТНОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИНКОВАНИЯ С ПОЛИЭТИЛЕНПОЛИАМИНОМ 104
Справочное приложение 39. АНАЛИЗ СЛАБОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИНКОВАНИЯ 106
Справочное приложение 40. АНАЛИЗ СУЛЬФАТНО-АММОНИЕВОГО ЭЛЕКТРОЛИТА КАДМИРОВАНИЯ 107
Справочное приложение 41. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЦИАНИСТОГО КАДМИРОВАНИЯ 109
Справочное приложение 42. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИАНИСТОГО МЕДНЕНИЯ 114

Справочное приложение 43. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТОГО МЕДНЕНИЯ 117
Справочное приложение 44. АНАЛИЗ ПИРОФОСФОРНОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА МЕДНЕНИЯ 119
Справочное приложение 45. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА СЕРНОКИСЛОГО МЕДНЕНИЯ 122
Справочное приложение 46. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА КРЕМНЕФТОРИСТОВОДОРОДНОГО МЕДНЕНИЯ 224
Справочное приложение 47. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ НИКЕЛИРОВАНИЯ 225
Справочное приложение 48. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ХРОМИРОВАНИЯ 134
Справочное приложение 49. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ОЛОВЯНИРОВАНИЯ 141
Справочное приложение 50. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-ВИСМУТ 148
Справочное приложение 51. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА ОЛОВО-СВИНЕЦ 154
Справочное приложение 52. АНАЛИЗ ЦИАНИСТОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА МЕДЬ-ЦИНК 156
Справочное приложение 53. АНАЛИЗ ПИРОФОСФОРНОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА МЕДЬ-ЦИНК 159
Справочное приложение 54. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЦИАНИСТОГО И ДИЦИАНОАРГЕНТАТНОГО СЕРЕБРЕНИЯ И ЭЛЕКТРОЛИТОВ ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА СЕРЕБРО-СУРЬМА 162
Справочное приложение 55. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЙОДИДНОГО СЕРЕБРЕНИЯ 172
Справочное приложение 56. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ЗОЛОЧЕНИЯ 174
Справочное приложение 57. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ ПАЛЛАДИРОВАНИЯ 177
Справочное приложение 58. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА ПАЛЛАДИЙ-НИКЕЛЬ 183
Справочное приложение 59. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТОВ РОДИРОВАНИЯ 184
Справочное приложение 60. АНАЛИЗ РАСТВОРОВ ХИМИЧЕСКОГО НИКЕЛИРОВАНИЯ 187
Справочное приложение 61. АНАЛИЗ ИММЕРСИОННОГО РАСТВОРА ДЛЯ ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 191
Справочное приложение 62. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ 193
Справочное приложение 63. АНАЛИЗ ЩАВЕЛЕВОКИСЛОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ЭМАЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ 197
Справочное приложение 64. АНАЛИЗ ХРОМОВО-БОРНОГО ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ЭМАЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ 199
Справочное приложение 65. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ДЕТАЛИ ИЗ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ 202
Справочное приложение 66. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ЩЕЛОЧНОГО ОКСИДИРОВАНИЯ СТАЛИ 204
Справочное приложение 67. АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОЛИТА ПОЛИРОВАНИЯ СТАЛИ СТАЛИ 206
Справочное приложение 68. АНАЛИЗ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОСВЕТЛЕНИЯ И ПАССИВИРОВАНИЯ 209
Справочное приложение 69. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ ТИТРОВ 211
Справочное приложение 70. ПОДГОТОВКА ИОНИТОВ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ИХ РЕГЕНЕРАЦИЯ 212

Справочное приложение 71. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИЗОЛИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЕТАЛЕЙ И ПОДВЕСОК, НЕ ПОДЛЕЖАЩИХ НАНЕСЕНИЮ ПОКРЫТИЙ 214
Справочное приложение 72. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТОДАМ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ И ВОЗВРАТА ПРОМЫВНЫХ ВОД В ПРОИЗВОДСТВО 218
Справочное приложение 73. РАСЧЕТ НОРМ ВРЕМЕНИ НА НАНЕСЕНИЕ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ 223
Справочное приложение 74. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРАВНИТЕЛЬНОЙ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПРОЦЕССОВ НАНЕСЕНИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ 230